



Luana Raquel Arcanjo de Assis Boavida

Licenciada em Ciências de Engenharia do Ambiente

**Estudo da biodegradabilidade
do algodão, lã e feltro de pêlo de coelho pardo
em condições de compostagem à escala
laboratorial**

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em
Engenharia do Ambiente, perfil de Engenharia Sanitária

Orientadora: Professora Doutora Ana Isabel Espinha da Silveira,
Professora Auxiliar,
FCT \UNL

Júri

Presidente: Professora Doutora Maria da Graça Madeira Martinho
Arguente: Professora Doutora Ana Cristina Ferreira da Cunha Queda
Vogal: Professora Doutora Ana Isabel Espinha da Silveira



FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Abril, 2018

Estudo da biodegradabilidade do algodão, lã e feltro de pêlo de coelho pardo em condições de compostagem à escala laboratorial

Copyright © Luana Raquel Arcanjo de Assis Boavida, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade NOVA de Lisboa.

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade NOVA de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

AGRADECIMENTOS

Para elaborar esta dissertação houve o apoio de pessoas especiais que contribuíram direta e indiretamente, às quais quero agradecer pela dedicação e apoio.

À Professora Ana Silveira, minha orientadora, agradeço o desafio que me propôs, por todo apoio, motivação, disponibilidade, conhecimento partilhado e confiança para elaborar este trabalho. À Engenheira Maria José Correia e ao Engenheiro João Cardoso pela orientação laboratorial, apoio, paciência, amizade e momentos de descontração. À Sra. Maria do Rosário Duarte e Diana Fonseca pela amizade, motivação e ajuda nas vertentes de pesquisa e escrita da dissertação. À Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa e toda docência que contribuiu para meu crescimento intelectual e como ser humano.

Às empresas Cortadoria Nacional de Pêlo S.A. e à FEPSA, em especial à Engenheira Alda Sousa, pela oportunidade, disponibilidade e esclarecimento.

Aos meus amigos e mais que colegas: Jaime Teyller, Carla Martins, Dário Teca, Inalinda Fonseca, Nádia Marques, Iolanda Bértolo, Célio Neto e Diana Ferreira pela amizade, suporte, motivação, momentos de descontração e por acreditarem sempre em mim.

À minha família, por serem a minha base, fonte de inspiração, ao acreditarem e confiarem em mim. Aos meus irmãos João e Elba pela motivação, carinho e risadas quando mais precisei. Aos meus tios Madalena, Carlos, Telma, Netanel, Palmira, Neusa, Isaque, Nadja, Alberto, Mário e Larissa por todo carinho e suporte, cada um do seu jeito peculiar. Ao meu pai João por tudo o que representa na minha vida e em especial à minha mãe Eulália, pelo amor incondicional e por representar tudo o que sou.

*"Na Natureza nada se cria e nada se perde, tudo se
transforma."*

Antoine Laurent de Lavoisier

RESUMO

A presente dissertação tem como objetivo o estudo da biodegradabilidade e avaliação da desintegração de têxteis de origem vegetal e animal, tendo como base as normas NP EN 13432, 2015 para as embalagens e materiais de embalagens, ISO 14855-1, 2005 para a análise da biodegradabilidade, ISO 20200, 2004 para a análise da desintegração dos materiais e EN 16086-1, 2011 para a avaliação dos feitos fitotóxicos do composto.

O têxtil de origem vegetal é o algodão, e os de origem animal a lã e feltro. Para o estudo, consideram-se amostras de tecido cujo o rótulo indica uma constituição de 100% do respectivo material, adquiridas em lojas convencionais, e como substâncias de referência amostras cruas. Consideram-se igualmente três amostras diferentes de feltro, provenientes da FEPSA, e as substâncias de referência são duas qualidades de pêlos que dão origem aos feltros, provenientes da Cortadoria Nacional de Pêlo.

As amostras dos materiais teste e inóculo são previamente caracterizadas física e quimicamente, para posterior realização de três testes diferentes. O primeiro teste permite estimar a biodegradabilidade das amostras ao medir o dióxido de carbono produzido quando submetidas a condições controladas de compostagem, seguindo-se o teste de fitotoxicidade às mesmas amostras. Em paralelo, realiza-se o teste de desintegração igualmente em condições controladas de compostagem, para observar o grau de desintegração das amostras em determinado intervalo de tempo.

A biodegradabilidade das amostras dos materiais teste é de 20%, 13%, 28%, 35% e 36% para o algodão, lã, feltro não tingido, feltro tingido sem goma e feltro tingido com goma, respetivamente. E, quando a biodegradabilidade é em relação à respetiva substância de referência, todas as amostras apresentam biodegradabilidades superiores a 90%, com exceção do feltro não tingido com 88%.

Palavras-chave: Biodegradabilidade; Compostagem; Desintegração; Algodão; Lã; Feltro.

ABSTRACT

The present dissertation aims to study the biodegradability and evaluation of the disintegration of vegetal and animal textiles, based on the norms NP EN 13432, 2015 for the packages and packaging materials, ISO 14855-1, 2005 for the analysis of biodegradability, ISO 20200, 2004 for the analysis of the materials disintegration and EN 16086-1, 2011 for the evaluation of the phytotoxic effects of the compost.

The textile of vegetal origin in study is the cotton, and those of animal origin are the wool and felt. For the study, tissue samples are considered in which the label indicates a constitution of 100% of the respective material, purchased in conventional stores, and as reference substance the raw samples. Are also considered three different samples of felt, come from FEPSA, their reference substances are two qualities of fur which originates it, from the Cortadoria Nacional de Pêlo.

The samples of the test materials and the inoculum are previously characterized physically and chemically, for the later accomplishment of three different tests. The first test allows to estimate the biodegradability of the samples by measuring the carbon dioxide produced when subjected to controlled composting conditions, followed by the phytotoxicity test to the same samples. In parallel, a disintegration test is realized under controlled composting conditions, with the objective of observing the degree of disintegration of the samples in a given time interval.

The biodegradability of samples of the test materials are 20%, 13%, 28%, 35% and 36% for cotton, wool, not-dyed felt, gum-less dyed felt and gum dyed felt, respectively. And when the biodegradability is in relation to the reference substance, all samples has biodegradability more than 90%, with the exception of not-dyed felt with 88%.

Keywords: Biodegradability; Composting; Disintegration; Cotton; Wool; Felt.

ÍNDICE

Índice de Figuras	xv
Índice de Tabelas	xvii
Siglas e Abreviaturas	xix
1 Introdução	1
1.1 Enquadramento e definição de estudo	1
1.2 Objetivos da dissertação	4
1.3 Estrutura da dissertação	4
2 Revisão bibliográfica	5
2.1 Indústria têxtil	5
2.1.1 Considerações gerais do setor têxtil	5
2.1.2 Algodão	6
2.1.3 Lã	7
2.1.4 Pêlo e feltro de coelho	8
2.1.5 Os resíduos têxteis	9
2.2 Compostagem e Biodegradabilidade	12
2.2.1 A compostagem à escala real e laboratorial	12
2.2.2 Qualidade do composto	18
2.2.3 Biodegradabilidade e método de determinação	19
3 Materiais e Métodos	27
3.1 Plano Experimental	27
3.2 Material teste e Inóculo	29
3.3 Metodologia	30
3.3.1 Processamento das amostras e inóculo	30
3.3.2 Determinações analíticas	32
3.3.3 Determinação da Biodegradabilidade	34
3.3.4 Determinação da desintegração	39
3.3.5 Determinação da fitotoxicidade	42
4 Resultados e Discussão	45

4.1	Caracterização dos materiais em estudo e do inóculo	45
4.2	Teste de Biodegradabilidade	47
4.2.1	Biodegradabilidade do Algodão e Lã	49
4.2.2	Biodegradabilidade do Feltro	52
4.3	Teste de desintegração	56
4.4	Teste de fitotoxicidade	60
5	Conclusões e Trabalhos Futuros	65
	Referências Bibliográficas	69
I	Outros métodos de Cálculo	75
II	Preparação e caracterização das misturas dos ensaios	77
II.1	Misturas dos ensaios do teste de biodegradabilidade	77
II.2	Misturas do ensaio do teste de desintegração	79
II.3	Resultados individuais dos vasos do ensaio de fitotoxicidade	80

ÍNDICE DE FIGURAS

2.1	Compostagem em pilha.	13
2.2	Fases do processo de compostagem de acordo com a evolução da temperatura.	14
2.3	Pré-tratamento dos RSU para compostagem e pós-tratamento do composto.	18
2.4	Exemplo da curva de biodegradabilidade com as fases representadas.	20
3.1	Material teste.	29
3.2	Triturador.	31
3.3	Análise granulométrica do inóculo.	32
3.4	Esquema da instalação piloto de compostagem.	34
3.5	Reatores de desintegração, caixas de polipropileno, dentro da estufa.	40
4.1	Taxa de produção e produção acumulada de CO_2 , produção acumulada de CO_2 em relação aos SV e biodegradabilidade do E1.	48
4.2	Ajuste do modelo matemático Gompertz a curva de CO_2 acumulado do ALG1.	49
4.3	Taxa de produção de CO_2 das amostras de ALG1, ALG2, LA1 e LA2, representada durante o período experimental.	50
4.4	Curvas do CO_2 acumulado e da biodegradabilidade do ALG1, ALG2, LA1 e LA2.	50
4.5	Curvas de produção de CO_2 acumulado do PNC1, PNA2 e FNT3.	53
4.6	Taxa de produção de CO_2 das amostras de PNC1, PNA2, FNT3, FTSG4 e FTSG5, representada durante o período experimental.	53
4.7	Curvas do CO_2 acumulado e da biodegradabilidade do PNC1, PNA2, FNT3, FTSG4 e FTSG5.	54
4.8	Amostras recuperadas da fração superior a 2 mm do ensaio de desintegração antes e depois da limpeza de ALG1 e ALG2.	58
4.9	Amostras recuperadas da fração superior a 2 mm do ensaio de desintegração antes e depois da limpeza de LA1 e LA2.	58
4.10	Amostras recuperadas da fração superior a 2 mm do ensaio de desintegração antes e depois da limpeza de PNC1 e PNA2.	59
4.11	Amostras recuperadas da fração superior a 2 mm do ensaio de desintegração antes e depois da limpeza de FNT3, FTSG4 e FTSG5.	59
4.12	Evolução do ensaio do teste de germinação ao longo do tempo.	60

ÍNDICE DE TABELAS

2.1	Parâmetros de caracterização do material teste para três diferentes normas internacional.	21
2.2	Valores-limite para as substâncias perigosas presentes no material teste. . . .	21
2.3	Métodos e requisitos de normas internacionais para determinar a biodegradabilidade do material teste.	23
2.4	Métodos e requisitos de normas internacionais para determinar o grau de desintegração.	24
3.1	Plano experimental.	28
3.2	Métodos Analíticos.	33
3.3	Ensaio de biodegradabilidade e respectivas mistura e durações.	36
3.4	Calendarização do modo operatório do ensaio de desintegração.	41
4.1	Caracterização físico-química do inóculo, amido e materiais teste.	45
4.2	Análise Elementar do inóculo, amido e materiais teste.	46
4.3	Biodegradabilidade absoluta e relativa a substância de referência do algodão e lã em 15 e 45 dias.	51
4.4	Biodegradabilidade absoluta dos pêlos e feltros, e biodegradabilidade relativa as substâncias de referência em 15 e 45 dias.	55
4.5	Grau de desintegração dos materiais teste.	57
4.6	Índices médios da taxa de germinação, inibição de germinação e inibição de crescimento.	61
4.7	Caracterização físico-química do composto resultante dos ensaios de biodegradabilidade.	62
II.1	Caracterização e preparação das misturas para os ensaios E1, E2 e E3 do teste de biodegradabilidade.	77
II.2	Caracterização e preparação das misturas para os ensaios E4 e E5 do teste de biodegradabilidade.	78
II.3	Preparação das misturas do ensaio do teste de desintegração e redução do peso total das misturas dos reatores.	79
II.4	Resultados individuais da taxa de germinação dos vasos do teste de fitotoxicidade.	80

SIGLAS E ABREVIATURAS

AE Análise Elementar.

AEA Agência Europeia do Ambiente.

ALG1 algodão comercial.

ALG2 algodão cru.

APA Agência Portuguesa do Ambiente.

As Arsénio.

Bio (%) percentagem de biodegradabilidade.

C/N razão carbono/azoto.

Ca Cálcio.

CBO Carência Bioquímica de Oxigénio.

Cd Cádmio.

CE Condutividade Elétrica.

CO monóxido de carbono.

CO₂ dióxido de carbono.

COT Carbono Orgânico Total.

Cr Crómio.

CT Carbono Total.

Cu Cobre.

D (%) grau de desintegração.

dp desvio padrão.

DQR Diretiva-Quadro de Resíduos.

E1 Ensaio 1.

E2 Ensaio 2.

E3 Ensaio 3.

E4 Ensaio 4.

E5 Ensaio 5.

F Flúor.

FNT3 feltro não tingido.

FTCG5 feltro tingido com goma.

FTSG4 feltro tingido sem goma.

Ge (%) taxa de germinação.

GEE gases de efeito estufa.

H₂O Água.

HCl Ácido clorídrico.

Hg Mercúrio.

HNO₃ Ácido nítrico.

ICP-AES Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometer.

ICr (%) inibição de crescimento.

IGe (%) inibição de germinação.

K Potássio.

LA1 lã comercial.

LA2 lã crua.

Mg Magnésio.

mo Molibdénio.

N Azoto.

NaOH hidróxido de sódio.

NH₃ amoníaco.

Ni Níquel.

P Fósforo.

PCB Policlorobifenilos.

PCDD/F Dibenzodioxinas policloradas.

PEGRI Plano Estratégico de Gestão de Resíduos Industriais.

PERAGRI Plano Estratégico de Gestão de Resíduos Agrícolas.

PERH Plano Estratégico de Gestão de Resíduos Hospitalares.

PERSU Plano Estratégico para os Resíduos Urbanos.

PERSU 2020 Plano Estratégico para os Resíduos Urbanos 2014-2020.

PNA2 pêlo natural acabado.

PNC1 pêlo natural cru.

PNGR Plano Nacional de Gestão de Resíduos.

ps peso seco.

Q_{ar} caudal de ar.

REA 2017 Relatório do Estado do Ambiente de Portugal de 2017.

REA 2016 Relatório do Estado do Ambiente de Portugal de 2016.

RSU Resíduos Sólidos Urbanos.

RU Resíduos Urbanos.

RUB Resíduos Urbanos Biodegradáveis.

Se Selénio.

SGRU Sistema de Gestão de Resíduos Urbanos.

SNV Sólidos Não Voláteis.

ST Sólidos Totais.

SV Sólidos Voláteis.

ThCO₂ produção máxima teórica de dióxido de carbono.

TM Tratamento Mecânico.

TMB Tratamento Mecânico e Biológico.

TxCO₂ taxa de produção de dióxido de carbono.

SIGLAS E ABREVIATURAS

UE União Europeia.

Zn zinco.

INTRODUÇÃO

1.1 Enquadramento e definição de estudo

A produção de resíduos é inevitável e a sua gestão tem sido um grande desafio a nível global e regional.

O consumo de bens e serviços leva a um aumento da utilização de recursos naturais. A economia europeia assenta em um elevado nível de consumo de recursos que exerce pressões sobre o ambiente, não apenas na Europa como em outras regiões. E, a gestão eficiente de resíduos pode evitar impactes negativos na saúde pública e na qualidade do ambiente, bem como contribuir para a conservação dos recursos naturais (AEA, 2008). Ainda sobre recursos naturais, o [Relatório do Estado do Ambiente de Portugal de 2016 \(REA 2016\)](#) diz que o planeta está numa crise ambiental devido aos recursos naturais serem insuficientes para satisfazer as necessidades de nove mil milhões de pessoas no final do século, e que o modelo de uma economia circular é um dos desafios a médio prazo (APA, 2016).

Desde a década de noventa que a [União Europeia \(UE\)](#) tem introduzido políticas e metas específicas, como a [Diretiva-Quadro de Resíduos \(DQR\)](#) e a Estratégia Temática de Prevenção e Reciclagem de Resíduos (AEA, 2014).

A [DQR](#), uma das principais ferramentas legislativas europeias, estabelece a hierarquia de gestão que começa pela prevenção, seguida da reutilização, reciclagem, valorização e eliminação (AEA, 2014). Esta mesma [DQR](#) também estipula para 2020 metas de preparação para a reutilização e reciclagem de 50% dos resíduos municipais, onde os Estados Membro da [UE](#) podem verificar os respetivos progressos para atingir esta meta, ao utilizar

um de quatro métodos de cálculos para a taxa de reciclagem (Comissão Europeia, 2011b).

A Estratégia Temática de Prevenção e Reciclagem de Resíduos estabelece como objetivo, a longo prazo para a UE, uma sociedade de reciclagem que evita os resíduos e utiliza estes como recurso, e também define ações chave para promover a prevenção, a reutilização e a reciclagem dos resíduos, que devem ser eliminados apenas na ausência de alternativas (Comissão Europeia, 2011a).

A má gestão dos resíduos pode contribuir para as alterações climáticas e poluição atmosférica, onde consequentemente afetam ecossistemas e espécies (AEA, 2014).

Assim, o último recurso da hierarquia de gestão dos resíduos deverá ser a deposição em aterro, não apenas pela significativa perda de recursos possíveis de serem reciclados ou valorizados que afetam indiretamente o ambiente, mas também devido ao facto dos aterros libertarem metano, um dos gases de efeito estufa (GEE) que é produzido pelos microrganismos presentes ao degradarem Resíduos Urbanos Biodegradáveis (RUB) (resíduos alimentares, de jardim e papel). E, os aterros quando não controlados também podem contaminar o solo e água (AEA, 2014).

Dos aterros e durante o processo de transporte dos resíduos, também é libertado outro GEE para a atmosfera em simultâneo com substâncias poluentes, tal como partículas. Mas também é possível contribuir na redução das emissões de GEE ao substituir o carvão e outros combustíveis ao produzir eletricidade e calor a partir de resíduos (AEA, 2014).

Os resíduos para além de constituírem um problema ambiental também criam um prejuízo económico, ao estarem relacionados com padrões de produção e consumo. Um exemplo é o facto da crise económica na Europa poder em parte explicar uma decrescente produção de resíduos em 2007 (AEA, 2014).

Em 2015 a UE produziu em média 477 kg de resíduos por habitante, dos quais 29% dos resíduos municipais foi reciclado, 28% encaminhado para aterro, 26% incinerado e 17% compostado. A capitação anual de resíduos é diferente entre países, tal como o encaminhamento dos mesmos para aterro, valorização ou reciclagem (Eurostat, 2017).

Portugal continental, em 2016, teve uma produção de 4,64 milhões de toneladas de Resíduos Urbanos (RU), equivalente a uma capitação anual de 472 kg e capitação diária de 1,29 kg. Dos resíduos recolhidos 85,6% foi resultado de recolha indiferenciada e 14,4% de recolha seletiva. Ainda em 2016, Portugal continental depositou em aterro 29% do total de resíduos, menos 33% em relação a 2010, o que mostra esforço em alcançar metas do Plano Estratégico para os Resíduos Urbanos 2014-2020 (PERSU 2020) como "garantir que a quantidade de resíduos encaminhados para aterro seja tendencialmente decrescente" e

a "eliminação progressiva de deposição de resíduos em aterro, com vista à erradicação da deposição direta de RU em aterro até 2030" (APA, 2017; Decreto-Lei nº 187-A/2014 de 17 de Setembro, 2014).

Com o Decreto-Lei nº 239/1997 de 9 de Setembro, 1997, Portugal determinou a elaboração de cinco planos de gestão de resíduos, um de âmbito nacional, o Plano Nacional de Gestão de Resíduos (PNGR), e quatro de âmbito setorial: o Plano Estratégico para os Resíduos Urbanos (PERSU), o Plano Estratégico de Gestão de Resíduos Hospitalares (PERH), o Plano Estratégico de Gestão de Resíduos Industriais (PEGRI) e o Plano Estratégico de Gestão de Resíduos Agrícolas (PERAGRI) (Martinho et al., 2011). Atualmente, em Portugal continental existem 23 Sistema de Gestão de Resíduos Urbanos (SGRU) dos quais 12 são multimunicipais e 11 intermunicipais, e todos os sistemas possuem infraestruturas para assegurar um destino final adequado para os RU produzidos na respetiva área (APA, 2017).

Os dados nacionais têm mostrado uma evolução nacional positiva no que concerne a cumprir a hierarquia dos resíduos, mas igualmente mostram que a recolha seletiva de resíduos para valorização do material estagnou, uma tendência contrária à pretendida pela estratégia comunitária e nacional para os RU. Os esforços e investimentos para aumentar a deposição seletiva têm sido feitos, mas a grande questão é que não se tem refletido no comportamento da população, o que poderá implicar uma análise de possíveis alternativas para inverter esta situação de forma a que seja possível atingir as metas para 2020 (APA, 2017).

A indústria têxtil é um setor antigo e inicialmente uma técnica essencialmente artesanal, basta pensar no homem primitivo que se cobria de alguma forma, seja com folhas ou com pele e pêlo de animais. Com o passar do tempo e aumento da população surgiu a necessidade de têxteis em maior quantidade, qualidade e especiais para determinadas atividades.

Este setor, tal como em outros, também gera resíduos, sejam estes de produção ou quando descartados pelo consumidor final. Da média total dos resíduos produzidos anualmente na UE, 2% são têxteis (Jouhara et al., 2017), e em Portugal, segundo Marçal et al. (2017) os têxteis representam 4% dos Resíduos Sólidos Urbanos (RSU).

A presente dissertação estuda fibras têxteis de origem vegetal e animal, que no seu estado natural são biodegradáveis, mas que podem diminuir a capacidade de se biodegradarem durante o processo industrial de fabrico do produto final. Assim sendo, o presente trabalho estuda a capacidade destes materiais, em final de vida, serem biodegradáveis e possíveis de serem valorizados pelo processo de compostagem, sem diminuir a qualidade do composto e desta forma manter um ciclo ao devolver matéria orgânica e nutrientes ao

solo.

1.2 Objetivos da dissertação

O objetivo principal da presente dissertação é estudar à escala laboratorial em condições de compostagem a biodegradabilidade de três qualidades de têxteis, dos quais um é de origem vegetal (o algodão), um de origem animal (a lã), e o feltro de pêlo de coelho pardo que é de origem animal mas pertence ao grupo dos tecidos-não-tecidos, ao contrário dos anteriores. O objetivo secundário, mas igualmente importante, é o estudo da capacidade dos mesmos materiais se desintegrarem em condições de compostagem, e a análise da qualidade do composto obtido no processo de compostagem dos materiais acima descritos.

1.3 Estrutura da dissertação

A presente dissertação encontra-se organizada em cinco capítulos, uma secção de referências bibliográficas e uma secção de anexos.

O primeiro capítulo é introdutório e apresenta o enquadramento da problemática dos resíduos e a sua gestão a nível europeu e nacional, e de forma sucinta a indústria têxtil e os seus resíduos. Ainda neste capítulo são indicados os objetivos e a estrutura da dissertação.

O presente capítulo 2 apresenta a revisão bibliográfica efetuada, ao abordar princípios mais específicos e relacionados com o tema central da dissertação, como o setor têxtil, os seus resíduos e valorização dos mesmos.

O capítulo 3 apresenta os materiais em estudo bem como os métodos e técnicas aplicadas.

O capítulo 4 apresenta os resultados obtidos dos diferentes testes realizados aos materiais teste.

O capítulo 5 salienta as principais conclusões da parte experimental e sugere futuras melhorias.

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Indústria têxtil

2.1.1 Considerações gerais do setor têxtil

A indústria têxtil é uma das maiores e mais antigas do mundo e os produtos têxteis têm crescido em paralelo com o crescimento da população, visto ser um elemento indispensável a sociedade, onde o ser humano utiliza estes produtos para expressar identidade, poder e similares, o que torna este produto uma mercadoria globalmente importante há séculos (Pensupa et al., 2017; Tojo et al., 2012).

Bento (2013) menciona os têxteis como materiais total ou parcialmente fabricados de fibras ou pele. O uso de fibras naturais para produção de têxteis existe desde a pré-história e as fibras sintéticas aparecem nos anos de 1800, e têm afetado a produção e consumo das fibras naturais, dada a preferência dos consumidores para produtos mistos, ou seja, com as duas variedades de fibras (Pensupa et al., 2017; Shui e Plastina, 2011).

Shui e Plastina (2011) dividem os produtos têxteis em três categorias: roupa ou vestuário, têxteis de lar, e têxteis industriais. E, sobre o seu valor, os mesmos autores, referenciam que respondem a preços diferentes consoante se destinam a bens necessários, bens de luxo ou quanto à sua durabilidade.

A matéria prima têxtil pode ser classificada em fibras naturais ou artificiais (Pensupa et al., 2017). As fibras artificiais ou sintéticas são feitas de produtos químicos à base de petróleo como o acrílico, nylon, poliéster e polipropileno. Estas fibras têm vindo a substituir as naturais, devido ao baixo custo, baixa densidade, alta resistência e durabilidade (Pensupa et al., 2017; Ramamoorthy et al., 2015).

As fibras naturais são categorizadas com base na sua origem: mineral (alumínio, carbono, vidro), vegetal (algodão, cânhamo, juta, linho) e animal (caxemira, lã, pêlo, penas, seda) (Pensupa et al., 2017; Ramamoorthy et al., 2015).

Pensupa et al. (2017) relacionam o consumo à produção de têxteis e mostram o aumento da produção de fibras têxteis de 2007 para 2014, de 70,6 milhões de toneladas para 90,8 milhões de toneladas, e preveem um aumento de produção superior a 100 milhões de toneladas até 2025. A quantidade de fibras têxteis consumidas por pessoa nos anos de 1950 e 2008 foram respetivamente 3,7 kg e 10,4 kg (Shui e Plastina, 2011).

O setor têxtil sofre grandes pressões de concorrência entre a Europa e outros grandes países produtores como a China, Índia e Paquistão, contudo a Europa mantém-se líder mundial nos mercados de têxteis técnicos, falsos tecidos (geotêxteis, filtros industriais, produtos de higiene e produtos para a indústria automóvel), e igualmente domina o vestuário de elevada qualidade e *design* (Associação Empresarial de Portugal, 2011).

Em Portugal, a indústria têxtil representa um setor maduro, com relevância em termos de emprego e de grande peso na economia nacional, mas tem sofrido pressões como a competitividade de economias de mão-de-obra barata, preferência dos consumidores e evolução tecnológica, que conduzem a desafios de gestão, empreendedorismo e internacionalização dos produtos (Associação Empresarial de Portugal, 2011; Nunes et al., 2018). E, no que diz respeito a exportações de têxtil, em 2017, Portugal ocupou o 9º lugar dos maiores exportadores europeus, tendo a Alemanha como líder (CENIT, 2017).

No âmbito desta dissertação, para o estudo foram escolhidos três qualidades de têxteis, dos quais um é de origem vegetal (o algodão), um de origem animal (a lã), e o feltro de pêlo de coelho que é de origem animal mas pertence ao grupo dos tecidos-não-tecidos, ao contrário dos anteriores.

2.1.2 Algodão

O algodão é cientificamente conhecido como *Gossypium* e pertence à categoria das fibras naturais de origem vegetal (Ramamoorthy et al., 2015).

As propriedades das fibras vegetais são afetadas pela maturidade da planta, clima, posição geográfica, tipo de colheita e outras (Ramamoorthy et al., 2015).

A principal composição química das fibras vegetais é a lignocelulose, composta essencialmente por celulose, hemicelulose e lignina, e as quantidades destes componentes variam entre tipos de fibras, sendo o algodão a fibra com maior quantidade de celulose

conhecida, com 82,7% de celulose e 5,7% de hemicelulose (Ramamoorthy et al., 2015).

A celulose confere ao algodão características que o tornam numa fibra forte, rígida e hidrofílica, devido ao elevado número de grupos hidroxilos que formam ligações de hidrogénio inter e intra moleculares (Ramamoorthy et al., 2015).

O algodão é uma das fibras mais utilizadas na indústria têxtil e especialmente usada em produtos de vestuário (Beton et al., 2014). Cerca de 25 milhões de toneladas de algodão são produzidas anualmente, sendo a China o maior produtor contando com 24% do total mundial (Pensupa et al., 2017).

O cultivo de algodão requer muita água, uso de pesticidas, inseticidas e fertilizantes, que quando não são devidamente utilizados, levam a efeitos negativos sobre o ambiente (Pensupa et al., 2017).

2.1.3 Lã

A lã pertence à categoria das fibras naturais de origem animal (Ramamoorthy et al., 2015).

As fibras de origem animal são o segundo maior recurso de fibras naturais, antecedidas pelas de origem vegetal, e normalmente mais caras dada a inferior disponibilidade, segundo Ramamoorthy et al. (2015). Apesar das fibras vegetais serem as mais usadas, as fibras animais em forma de pele e pêlo foram a primeira forma de roupa usada pelo homem primitivo (Cook, 1984).

A lã é normalmente obtida de animais como a ovelha, cabra, camelo e coelho, mas é a lã de ovelha a mais comercializada ao apresentar uma produção anual de aproximadamente 1,2 milhões de toneladas, das quais 90% vai para a indústria têxtil (Ramamoorthy et al., 2015).

A qualidade da lã de ovelha depende de variáveis como a raça, características individuais, condições em que vive e da região do corpo da ovelha em que cresceu a lã. Mas características como o comprimento, suavidade e cor da lã, determinam o uso a que se dá à fibra (Cook, 1984).

As fibras de lã têm a peculiaridade de apresentar uma estrutura ondulada, que facilita a união das fibras de lã para formar um fio quando torcidas, e a estrutura ondulada confere ainda uma elasticidade incomum a estes fios de lã (Cook, 1984). A fibra de lã é hidrofílica e capaz de absorver água até um terço do seu peso (Ramamoorthy et al., 2015).

As fibras animais, tal como a lã, são feitas de queratina, uma proteína que confere características particulares mas diferentes entre si, como o comprimento, forma e estrutura interna (Cook, 1984; Tridico, 2009).

A queratina é constituída por carbono, hidrogénio, oxigénio, azoto e enxofre, e está presente em grande parte do corpo animal, o que leva a lã diferir pouco das características das penas, cabelos, pêlos e outros (Cook, 1984).

O comportamento químico da queratina é diferente da celulose ao ser mais facilmente degradada e atacada por produtos químicos, e em geral não tem a mesma resistência a condições ambientais como a celulose (Cook, 1984). Entretanto, a biodegradação da lã é causada por bactérias e fungos, dos quais os fungos são os que essencialmente degradam a queratina (Szostak-Kotowa, 2004).

2.1.4 Pêlo e feltro de coelho

Há um século ou mais que se tem utilizado pêlo de coelho para usos têxteis, onde a maior parte destas fibras são para a produção de feltro e artigos de malha (Cook, 1984).

O pêlo de coelho é constituído por pêlo ou fibras mais finas e macias, normalmente até 20 mm, e pelo *guard hair* que é a camada superior e visível do pêlo, geralmente mais grosso e longo, que protege o pêlo mais fino. Conforme a utilização do pêlo, o *guard hair* é separado do pêlo mais fino por processos de correntes de ar, visto que apresentam propriedades diferentes, onde o mais fino dá calor e suavidade e o mais grosso força e beleza (Cook, 1984).

O pêlo de coelho também contém queratina, tal como em outras fibras de origem animal, e apresenta características semelhantes a estas, como a fácil absorção de água, onde a água quente tende a suavizar e plastificar as fibras e a alcalinidade as dissolve (Cook, 1984).

O feltro é feito a partir de fibras animais sujeitas à ação da humidade, calor e ação mecânica (Cook, 1984). Este processo é irreversível e faz do feltro um tecido-não-tecido, uma vez que apenas altera as características estruturais das fibras ao fazer com que as escamas das mesmas se interliguem e encaixem, o que leva o tecido a ganhar espessura, perder elasticidade, e os contornos e padrões das fibras ficam impercetíveis como consequência da compactação (Cook, 1984; Tridico, 2009; Vaccaro, 2010).

O pêlo de castor é o material de excelência na fabricação de feltro devido a sua flexibilidade, maior resistência ao desgaste, e é o único material que na fabricação de chapéus de feltro permite uma borda maior e durável (Crean, 1962).

O pêlo de coelho e lebre, até ao início do século XVIII, foram considerados de má qualidade para chapéus de feltro e como consequência mais baratos. Mas foi descoberto que para melhorar a qualidade do feltro deste material é necessário deteriorar a queratina superficial das fibras destes animais com soluções ácidas (Crean, 1962).

Os tecidos produzidos a partir de fibras de coelho, como o feltro, são muito atrativos e o feltro é geralmente aplicado não apenas na indústria de chapéus, mas também em vestuário e cortinas, na indústria de materiais de isolamento térmico, polimento e embalagens, e também utilizado para estofar mobiliário (Cook, 1984; Tridico, 2009).

2.1.5 Os resíduos têxteis

O crescimento da indústria têxtil acompanha o crescimento da população, da economia e dos ciclos de moda, onde os atuais curtos ciclos de moda tendem a um elevado consumo e consequentemente a produção de resíduos deste setor (Pensupa et al., 2017).

Pensupa et al. (2017) citam dois grupos principais de resíduos têxteis: os de pré-consumo que são gerados durante o processo de produção, essencialmente matéria-prima; e os de pós-consumo que são gerados pelos consumidores e destinados a deposição final. Os mesmos autores também citam a classificação dos resíduos têxteis em líquidos e sólidos, onde os líquidos surgem da elevada quantidade de água necessária durante o processo de produção, que requer tratamento das águas residuais devido ao elevado teor de componentes químicos.

Não apenas o consumo e descarte de têxteis no geral, por parte do consumidor final, causam pressões e impactes sobre o ambiente, mas também as atividades relacionadas com os processos de produção e distribuição conduzem a fenómenos de eutrofização, quando a elevada quantidade de água requerida não é devidamente tratada, como igualmente conduzem a fenómenos de sobre-exploração da matéria-prima e ocupação e transformação do solo para cultivo, e influenciam o bem-estar e natural regeneração do ambiente (Beton et al., 2014; Pensupa et al., 2017).

Os resíduos têxteis sólidos de pré-consumo contêm substâncias biodegradáveis como restos de fibras e fios de tecido, e estas substâncias podem ser recicladas em novos materiais ou decompostas na natureza, desde que sejam material orgânico. E os de pós-consumo são uma mistura de fibras naturais, sintéticas e outras substâncias como botões e fechos, que os tornam difíceis de degradar (Pensupa et al., 2017).

Apesar dos resíduos têxteis conterem substâncias orgânicas que se podem decompor em aterro, estes ocupam espaço e requerem tempo para a decomposição. Como por exemplo,

os tecidos de algodão quando depositados em aterro perdem entre 50% e 70% de peso em três meses, tal como a lã, e as fibras sintéticas, em especial o poliéster, são resistentes à biodegradação, sem evidências de degradação microbiana após quatro semanas, e com redução de 20% do peso após três meses em aterro (Pensupa et al., 2017).

Os convencionais métodos de tratamento de resíduos sólidos da indústria têxtil são a deposição em aterro sanitário e incineração (Pensupa et al., 2017).

Ainda que tenham sido feitos estudos da decomposição microbiana de material têxtil em aterro, é importante lembrar do problema ambiental que pode ser causado pela acumulação destes resíduos em aterros, devido a libertação de metano e outras substâncias tóxicas que contribuem para o aquecimento global, e da probabilidade dos lixiviados contaminarem as águas superficiais e subterrâneas e ainda afetarem negativamente a saúde humana (Pensupa et al., 2017).

A incineração, o outro método convencional para estes resíduos, é praticada devido ao alto conteúdo de energia dos têxteis (Ryu et al., 2007). Este processo, que funciona com temperaturas muito altas, apesar de conseguir reduzir cerca de 95% da massa de resíduos têxteis, também tem potencial para libertar compostos tóxicos como dioxinas, que se acumulam no meio ambiente e na cadeia alimentar ao longo do tempo, podendo prejudicar a saúde humana (Pensupa et al., 2017; WHO, 2014).

A valorização de resíduos atraiu atenção nos anos 90 quando a eliminação de resíduos começou a ser um problema. A valorização de resíduos baseia-se na capacidade de reutilização, reciclagem ou compostagem de resíduos para produzir novos produtos ou fontes de energia (Pensupa et al., 2017).

A reutilização de têxteis de vestuário ao serem doados, vendidos ou transformados em têxteis de limpeza é uma prática muito comum e evita que esses têxteis em bom estado sejam considerados resíduos (Wang, 2010). Mas a tendência do mercado para produtos baratos, normalmente de baixa qualidade, e os curtos ciclos de moda tendem a extinguir esta prática (Beton et al., 2014).

A reciclagem é uma das estratégias de gestão de resíduos para minimizar os resíduos têxteis. Para os resíduos têxteis de pré-consumo, como os de algodão e lã, fios e fibras, estes têm potencial para reciclagem ao voltarem a ser matéria-prima ou serem reprocessados, apesar de que neste último os fios poderem perder propriedades (Pensupa et al., 2017). Por outro lado, os resíduos têxteis de pós-consumo são uma mistura de materiais ou substâncias, o que leva a classificar e separar por tipo de material que contém e posteriormente vendido à indústria e a reprocessadores de roupa (Pensupa et al., 2017).

Apesar das dificuldades encontradas para separar os resíduos de fibras devido à atual complexidade e mistura de materiais, essencialmente nos têxteis de vestuário, a reciclagem destes deve ser vista como um sistema com perspectivas para maximizar os benefícios económicos e ambientais (Wang, 2010).

Fibras naturais de origem animal e vegetal são biodegradáveis, assim como alguns polímeros sintéticos, como o ácido polilático proveniente de recursos naturais como amido de milho ou cana de açúcar. Os materiais biodegradáveis podem ser transformados em fertilizantes para o solo e devolverem matéria orgânica e nutrientes ao mesmo pelo processo de compostagem, mas para isso é necessário que a separação dos resíduos biodegradáveis para compostagem esteja contemplada na gestão dos meios urbanos e rurais (Wang, 2010).

Segundo Wang (2010), os resíduos têxteis apresentam o grande desafio de separar por qualidade de material. Entretanto, nem todos os têxteis são adequados a valorização, mas a valorização através da reciclagem de fibras celulósicas como as de algodão podem contribuir para a conservação da água e redução de águas residuais, uma vez que o cultivo convencional de algodão é um dos que mais depende de água e pesticidas (Claudio, 2007). E, resíduos têxteis de constituição complexa são ainda mais difíceis de valorizar ao reciclar, como o caso de carpetes que são de material recalcinante e preenchido com materiais termo-endurecidos, e por este motivo são descartados em aterro (Pensupa et al., 2017; Wang, 2010).

Deste modo, ainda existe uma fraca atração para investir tecnologicamente na área da valorização destes resíduos, devido ao baixo custo da matéria-prima e dos produtos finais têxteis (Claudio, 2007; Pensupa et al., 2017).

Tem havido esforços nesse sentido e existem estudos sobre possíveis melhorias e novas soluções para o tratamento e valorização dos resíduos sólidos da indústria têxtil, como a possibilidade de converter resíduos de algodão em etanol por meio de hidrólise enzimática e fermentação (Jeihanipour e Taherzadeh, 2009), e o potencial do fabrico de tijolos leves e com propriedades de isolamento para construção de casas a partir de cinzas de resíduos têxteis (Binici et al., 2010).

A solução em estudo na presente dissertação é verificar a biodegradabilidade de alguns têxteis de vestuário, e a viabilidade de os valorizar pelo processo de compostagem. Visto que quando não é possível reutilizar os têxteis é mais difícil reciclar devido a baixa qualidade e complexidade de mistura de materiais diferentes em cada peça. E com a compostagem, estes materiais podem servir de corretivo orgânico para o solo, e ao mesmo tempo contribuir na diminuição de deposição de resíduos em aterro, que é o seu principal destino.

2.2 Compostagem e Biodegradabilidade

Os resíduos sujeitos a compostagem devem ter um potencial de biodegradação para facilitar a degradação biológica da matéria orgânica e como consequência resultar um composto de maior qualidade (Matsinhe, 2011).

2.2.1 A compostagem à escala real e laboratorial

A prática da compostagem é feita há muitos anos, mas era realizada em escalas mais pequenas e apenas com a finalidade de obter composto para fertilização do solo. Atualmente a finalidade anterior mantém-se mas é acrescida com questões ambientais e de saúde pública, e por sua vez é um método mais mecanizado, com mais estudos, conhecimento e controlo (Reis, 1997).

Segundo Haug (1993), a compostagem é um método de tratamento de resíduos que decompõe biologicamente a fração orgânica em material estável, capaz de ser manuseado e armazenado sem risco a saúde, e aplicado no solo sem risco de afetar o ambiente. O mesmo autor refere a compostagem como um processo com duas vertentes, uma aeróbia quando a decomposição é feita na presença de oxigénio, e outra anaeróbia na ausência de oxigénio. E, ressalta que a maior parte dos sistemas de compostagem são aeróbios uma vez que os anaeróbios libertam menos energia por peso de matéria orgânica decomposta e tem maior potencial para emissão de odores.

Nos últimos anos quando se refere à compostagem associa-se imediatamente a um processo aeróbio, como os autores Nakasaki et al. (2005) e muitos outros da literatura atual, que começam por descrever a compostagem como um processo aeróbio. A compostagem anaeróbia ainda é praticada e é igualmente um método de valorização orgânica, mas recebe o nome de digestão anaeróbia. A grande diferença entre os dois tratamentos, para além da presença ou ausência de oxigénio, é o facto deste último não ter como produto final um material estável e higienizado, pois tem um objetivo diferente, produzir energia. Assim, geralmente o digerido é em seguida submetido à compostagem depois da digestão anaeróbia (Martinho et al., 2011).

À escala real a compostagem pode ser realizada em pilhas ou em reatores fechados. As pilhas podem ser individuais ou em contínuo, em sistemas de ar livre ou fechados, onde a este último é acrescida a vantagem de se poder tratar os gases libertados (Martinho et al., 2011). A compostagem em pilhas, figura 2.1, apresenta flexibilidade operacional e não necessita de grande investimento, mas é sensível a chuva no caso das pilhas ao ar livre, e emite odores quando o intervalo de revolvimento é superior a 5 dias (Suler e Finstein, 1977).



Figura 2.1: Compostagem em pilha. Fonte: Tchobanoglous e Kreith, 2002.

A compostagem em reatores fechados é mais compacta, ao utilizar reduzido espaço para as instalações, apresentam um elevado nível de controlo do processo e consequentemente bom controle dos gases libertados pelo processo. Mas em contrapartida apresenta elevados custos de investimento, funcionamento e necessita de mão-de-obra especializada (Suler e Finstein, 1977).

2.2.1.1 Parâmetros que afetam a compostagem

O processo de compostagem depende de determinadas condições, as mesmas que afetam a atividade dos microrganismos, uma vez que este processo é biológico. Assim, a compostagem é influenciada por fatores como a existência de microrganismos, temperatura, humidade, arejamento, nutrientes disponíveis, pH e granulometria (Reis, 1997).

- *População microbiana*

Os microrganismos responsáveis pela compostagem são essencialmente bactérias e fungos. E, a sucessão de populações microbianas, que normalmente já se encontram presentes nos resíduos que dão entrada ao processo, apresentam um comportamento semelhante a curva de crescimento microbiano normal (Haug, 1993; Tchobanoglous e Kreith, 2002).

Em termos industriais, dependendo da fase da compostagem, os microrganismos dominantes são os mesofílicos (que suportam temperaturas entre 15 e 40°C) e termofílicos (que suportam temperaturas superiores a 40°C), enquanto que à escala laboratorial a maior parte dos microrganismos são termofílicos, quando o processo é à temperatura constante

($58 \pm 2^\circ\text{C}$), uma vez que temperaturas acima de 60°C podem matar muitas espécies de microrganismos e consequentemente limitar o nível de biodegradação (Castro-Aguirre et al., 2017).

- **Temperatura**

A temperatura é um dos fatores mais importantes na sucessão de microrganismos do processo de compostagem, e esta é ao mesmo tempo resultado e um fator condicionante do processo (Baptista, 2009; Nakasaki et al., 2005). As autoras Martinho, Gonçalves e Silveira (2011) apresentam a equação 2.1, que representa de forma simplificada a decomposição de resíduos em condições de compostagem.



O calor produzido é resultado da atividade da sucessão de populações microbianas, que ao longo do processo de compostagem levam a temperatura a apresentar um comportamento peculiar, que distingue a compostagem em quatro fases (mesofílica, termofílica, arrefecimento e maturação) (Martinho et al., 2011), representadas na figura 2.2.

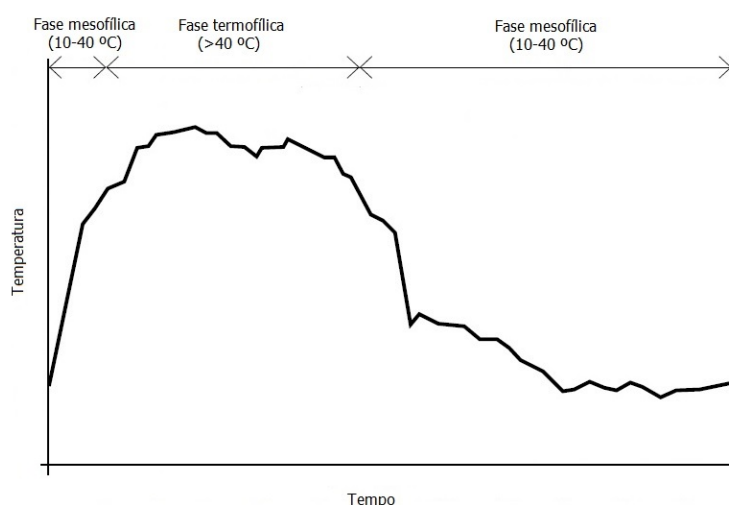


Figura 2.2: Fases do processo de compostagem de acordo com a evolução da temperatura. Fonte: Lopes, 2013.

No início do processo, os microrganismos que predominam são mesofílicos, porque suportam temperaturas mais baixas. Estes degradam as moléculas mais simples, usam estas como fonte de energia e libertam calor, o que faz subir a temperatura até se auto-destruírem e darem lugar aos microrganismos termofílicos (Martinho et al., 2011).

Com a temperatura elevada, os microrganismos termofílicos degradam moléculas mais complexas. Caso não haja remoção de calor ou as condições se tornem limitantes, a massa

em compostagem entra para a fase de arrefecimento, ao voltarem a estar presente os microrganismos mesofílicos, e posteriormente dá lugar a fase de maturação (Martinho et al., 2011). A fase de maturação ocorre a temperatura ambiente, e em reações lentas forma moléculas estruturalmente complexas, do tipo húmico (Martinho et al., 2011).

Apesar dos microrganismos naturalmente controlarem a temperatura, esta também pode ser controlada com operações de revolvimento e ou arejamento (Martinho et al., 2011). Estas operações de controlo são fundamentais para aumentar a eficiência e diminuir o tempo do processo ao permitirem atingir a temperatura ideal (Baptista, 2009). A temperatura ideal para uma maior eficiência e sem inibir o crescimento dos microrganismos depende da composição do material a compostar, sendo o intervalo ótimo para os RSU entre os 50 e 60°C (Baptista, 2009).

O composto, produto final da compostagem é higienizado devido às temperaturas altas atingidas pela compostagem, que com determinado tempo de exposição permitem destruir os microrganismos patogénicos (Martinho et al., 2011). Embora a temperatura do processo não chegue a 100°C e existam microrganismos que sobrevivam a temperaturas superiores a 100°C, os mais perigosos à agricultura e ao ambiente podem ser eliminados a temperaturas mais baixas (Reis, 1997).

- *Humidade*

A matriz de compostagem é constituída por uma rede de partículas sólidas com espaços vazios, que são preenchidos por ar e ou água (Haug, 1993). Em teoria, a humidade ideal é 100% ao não haver deste modo limitações deste parâmetro. Mas se os espaços vazios são completamente preenchidos por água (elevada humidade) não há níveis apropriados de oxigénio o que dificulta a transferência deste, uma vez que há baixo coeficiente de difusão de oxigénio na água, e a compostagem aeróbia torna-se impossível na ausência de constante agitação (Baptista, 2009; Haug, 1993).

Por outro lado, se estes espaços são preenchidos por ar e demasiada água for removida (baixa humidade), influencia a atividade metabólica dos microrganismos, uma vez que a água é o meio de distribuição de nutrientes, e afeta o nível de biodegradação comprometendo o processo de compostagem (Castro-Aguirre et al., 2017; Haug, 1993).

Portanto, a humidade é essencial ao processo e deve ser suficiente para obter um equilíbrio entre a decomposição da matéria orgânica e a renovação de ar da massa (Baptista, 2009).

Não se pode generalizar um intervalo ótimo inicial de humidade porque materiais diferentes têm capacidades de retenção de água distintas. Mas para RSU a humidade deve

estar preferencialmente entre 50 e 65% (Baptista, 2009; Castro-Aguirre et al., 2017). Desta forma, tanto à escala real como no laboratório, é importante adicionar água sempre que necessário (Castro-Aguirre et al., 2017). Contudo, há uma restrição de humidade no pós-tratamento, onde esta deve ter níveis mais baixos, entre 25 e 35%, para o bom desempenho dos equipamentos e fácil manuseamento do produto final (Baptista, 2009).

- ***Arejamento***

O arejamento é importante pois fornece o oxigénio requerido na decomposição orgânica, ajuda a retirar humidade do substrato e controla a temperatura ao retirar calor gerado do processo de decomposição orgânica (Haug, 1993).

No laboratório, o caudal de ar deve ser ajustado a um valor ótimo, pois um baixo caudal de ar abrandando o processo de biodegradação, e um caudal de ar alto, não arrefece a massa porque a temperatura é constante e controlada, mas pode secar a massa e retardar a biodegradação ao diminuir a humidade (Castro-Aguirre et al., 2017). E, neste ajuste de caudal, também se deve contemplar o limite do sensor do equipamento de leitura, pois um elevado caudal diminui a concentração de dióxido de carbono (CO_2) (Castro-Aguirre et al., 2017).

- ***Nutrientes***

Para realização do processo de compostagem, os microrganismos precisam de nutrientes para crescer e realizarem as suas atividades. Estes nutrientes podem ser classificados em macro e micronutrientes, de acordo com a quantidade necessária. Os macronutrientes são muito requeridos e os principais são o carbono, azoto, fósforo e o potássio, enquanto que os micronutrientes são necessários a uma escala menor, como o enxofre, cálcio, magnésio e sódio (Baptista, 2009).

Em compostagem, o nutriente normalmente limitante é o azoto (Baptista, 2009), o que leva a que o processo tenha uma razão carbono/azoto (C/N), usada para medir o balanço de azoto apropriado (Haug, 1993). Este rácio, que indica a quantidade de partes de carbono utilizadas por uma parte de azoto, é fundamental porque o azoto é necessário no suporte da síntese celular, e o carbono compõe a maior fração de moléculas orgânicas da célula (Baptista, 2009; Haug, 1993).

Normalmente são aconselháveis rácios entre 25 e 35, embora fora deste intervalo também se tenha verificado bons resultados de compostagem (Baptista, 2009). Apesar do valor deste rácio ser discutível, a literatura está de acordo quanto a valores de C/N muito elevados retardarem o nível de biodegradação por falta de azoto, pois este torna-se limitante para o crescimento dos microrganismos, e valores de C/N baixos causam um excesso de

azoto que se converte em amoníaco (NH_3) que se pode perder ao volatilizar, e eventualmente conduzir a uma toxicidade microbiológica devido aos elevados níveis de NH_3 (Baptista, 2009; Castro-Aguirre et al., 2017).

- ***pH***

O processo de compostagem tem a particularidade de amortecer os valores altos e baixos de pH, ao levar esses a um intervalo neutro. Isto é possível porque o CO_2 (fração ácida) e o NH_3 (fração alcalina) são libertados como resultado da decomposição (Haug, 1993). E, assim sendo, os materiais com valores iniciais de pH entre 3 e 11 podem ser compostados, mas os valores ótimos estão entre 5,5 e 8 (Baptista, 2009).

No laboratório, o pH preferível também é o neutro, para sobrevivência de uma gama maior de microrganismos, pois um pH alto pode causar inibição, e um pH baixo ajuda na perda de azoto em forma de NH_3 e pode estar associado a problemas de odor (Castro-Aguirre et al., 2017).

- ***Granulometria***

É necessária uma redução das partículas para o processo de compostagem, pois teoricamente, quanto menor a granulometria dos materiais maior é a taxa de degradação, devido a maior área superficial disponível para a ação dos microrganismos (Baptista, 2009; Castro-Aguirre et al., 2017). Mas em pequenas partículas há uma grande dificuldade de realizar as trocas gasosas necessárias por causa da possível compactação, e por esta razão o material a compostar deve ser analisado e se necessário, quando o tamanho das partículas é muito pequeno, adicionar agentes volumosos como palha e lascas de madeira para manter a porosidade (Baptista, 2009). Quanto aos testes de biodegradabilidade em condições de compostagem, a literatura recomenda que seja usado material em pó ou em pequenos pedaços (Castro-Aguirre et al., 2017; ISO 14855-1, 2005).

- ***Sólidos voláteis***

Apesar de não se aplicar à escala real, no laboratório é importante quando se simula as condições de compostagem em ensaios de biodegradabilidade. A determinação dos sólidos voláteis é um indicador de matéria orgânica presente no composto (inóculo do ensaio de laboratório) e, o composto que serve de inóculo nos ensaios em laboratório deve ter um teor de sólidos voláteis baixo, caso contrário, pode levar os microrganismos a preferirem esta matéria orgânica e não a do material teste, principalmente se este último for mais resistente (Castro-Aguirre et al., 2017).

2.2.2 Qualidade do composto

Segundo Haug (1993), o produto da compostagem, o composto, tem inúmeros fins benéficos quando aplicado no solo, tais como:

- Servir como fonte de matéria orgânica para manutenção e produção de suprimentos de húmus de solo, necessários para a estrutura do solo e para a capacidade de reter água;
- Poder melhorar o crescimento das culturas na agricultura comercial e de uso doméstico;
- Conter valiosos nutrientes como azoto, fósforo e vestígios de outros elementos essenciais.

Para um produto final da compostagem de qualidade, inicialmente é necessário separar dos RSU os materiais não compostáveis como vidro, plástico e metais, num processo de pré-tratamento, figura 2.3.

Existem critérios para definir a qualidade do produto, como critérios físicos (tamanho das partículas, textura, cor, odor e aparência no geral) e critérios químicos (teor de nutrientes, C/N, metais pesados, ausência de componentes biodegradáveis e efeitos na germinação de semente) (Haug, 1993).



Figura 2.3: Resíduos sólidos urbanos depois do pré-tratamento para a compostagem (A), e material compostado depois do pós-tratamento (B). Fonte: Baptista, 2009.

Quando o composto não está estabilizado, ao ser aplicado no solo, pode ser prejudicial às plantas, ao provocar fenómenos de anaerobiose e competição pelos nutrientes ao nível das raízes, e haver também o risco de lixiviação de nutrientes para as águas subterrâneas (Martinho et al., 2011).

A estabilidade e maturação do composto são algumas vezes confundidas ou tratadas como sinónimos. Mas Wu et al. (2000) referem-se a estabilidade ou composto estável a atividade microbiológica, podendo ser determinada pela taxa de absorção do oxigénio, pela taxa de produção do CO_2 ou pelo calor produzido pela atividade microbiológica. Enquanto que a maturação ou composto maturado refere-se ao grau de decomposição de substâncias orgânicas fitotóxicas produzidas durante a fase ativa do processo de compostagem, e pode ser analisado através de testes fitotóxicos, embora a fitotoxicidade pode ser causada por outros fatores, como sais solúveis ou pela concentração de metais pesados (Wu et al., 2000).

Com base na legislação Portuguesa, a qualidade do composto é classificada em quatro classes (I, II, IIA e III), diferenciadas por limites admissíveis de parâmetros como o teor de metais pesados, e consequentemente com aplicações diferentes (Decreto-Lei N.103/2015, 2015). Deste modo, as classes de composto I e II podem ser utilizadas genericamente na agricultura. A classe IIA pode ser utilizada em culturas agrícolas arbóreas e arbustivas, nomeadamente pomares, olivais e vinhas, bem como em espécies silvícolas. E, a classe III pode-se utilizar em solo onde não se pretenda produzir culturas destinadas à alimentação humana e animal como: cobertura final de aterros e lixeiras, pedreiras e minas; cobertura de valas e taludes; fertilização de solos destinados à silvicultura (espécies cujo fruto não se utilize na alimentação humana ou animal); jardinagem; campos de futebol e golfe (Decreto-Lei N.103/2015, 2015).

2.2.3 Biodegradabilidade e método de determinação

A biodegradabilidade aeróbia é a decomposição de um composto químico orgânico por microrganismos, em dióxido de carbono, água, sais minerais resultantes de outros elementos presentes (mineralização) e biomassa nova (NP EN 13432, 2015).

A biodegradabilidade de substâncias depende inicialmente, mas não só, da estrutura molecular destas, e os testes de biodegradabilidade são normalmente usados para prever o comportamento da decomposição de um material ou substância em ambiente natural ou técnico (Pagga, 1997).

Do processo de decomposição microbiológica resulta uma curva característica em função do tempo, figura 2.4, onde a percentagem da produção de CO_2 ou de biodegradabilidade é gerada (Pagga et al., 1995).

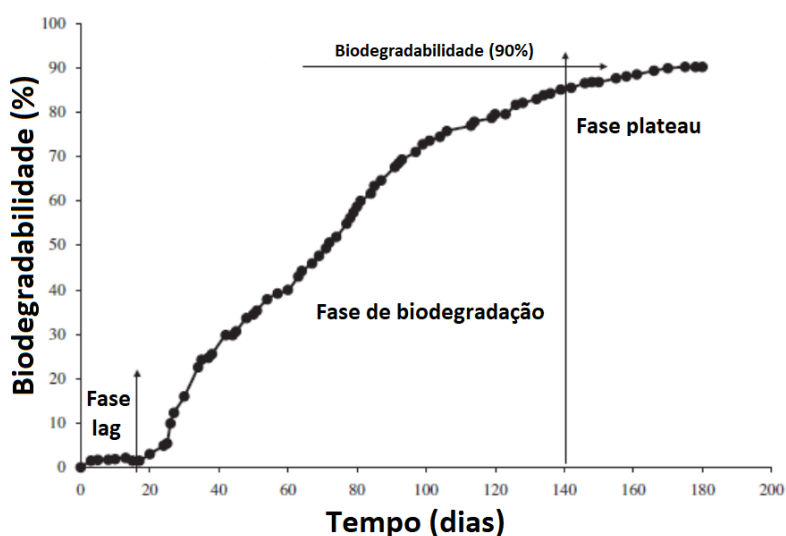


Figura 2.4: Exemplo da curva de biodegradabilidade com as fases representadas. Adaptada de Song et al., 2009.

Deste modo, a curva de biodegradabilidade é caracterizada por três fases: a fase *lag*, onde ocorre a adaptação dos microrganismos no inóculo para início da degradação do material em teste, e corresponde ao tempo inicial do teste até ser medido um valor de biodegradabilidade distinto; a fase de biodegradação, onde os microrganismos usam o substrato como alimento, para crescer e na qual atinge a degradação máxima; e a fase *plateau*, onde a biodegradabilidade termina ou está quase completa, e na qual o valor médio desta última fase representa a biodegradabilidade (Pagga et al., 1995; Pagga, 1997).

Os métodos de determinação da biodegradabilidade têm como base normas internacionais, que orientam e definem metodologias e requisitos para que materiais sejam considerados organicamente valorizáveis, como as normas para certificação de materiais compostáveis.

A primeira norma para a certificação da compostabilidade dos materiais é a norma alemã DIN V 54900, dividida em quatro partes (DIN 54900-4, 1997; DIN V 54900-1, 1998; DIN V 54900-2, 1998; DIN V 54900-3, 1998), posteriormente revogada pela norma europeia NP EN 13432, 2015. E, para o mesmo objetivo, nos Estados Unidos da América existe a norma ASTM D 6400, 1999.

Apesar das particularidades das três normas citadas, estas encontram-se de igual forma estruturadas, ao abordarem quatro tópicos principais, dos quais a caracterização do material teste; determinação da biodegradabilidade do material teste; determinação da de-sintegração do material teste; e avaliação da qualidade e efeitos ecotóxicos do composto.

- *Caracterização do material teste*

A caracterização do material teste é o primeiro requisito das três normas referidas, onde são identificados os constituintes do material teste; se verifica a presença de substâncias perigosas, como metais pesados; e se determina alguns parâmetros físico-químicos como o conteúdo de carbono orgânico, **Sólidos Totais (ST)** e **Sólidos Voláteis (SV)** do material teste, visíveis na tabela 2.1. O que difere estas três normas internacionais em discussão são os valores-limite de substâncias perigosas, visíveis na tabela 2.2, e o facto das normas NP EN 13432, 2015 e ASTM D 6400, 1999 dispensarem a análise de nutrientes (N, P, K, Mg, Ca), ao contrário da norma DIN V 54900.

Tabela 2.1: Parâmetros de caracterização do material teste para três diferentes normas internacional. Adaptada de Weber, 2001.

Norma	DIN V 54900	EN 13432:2015	ASTM D 6400
Especificações	DIN V 54900-1 Cláusulas 5, 6 e 7	Sub-cláusula 4.2.2 e Anexo A. 1	Sub-cláusula 6.4.1 40 CFR 503.13
Requisito	Constituintes Orgânicos ≥50%	Teor de Sólidos Voláteis (%SV) ≥50%	-
Caracterização geral	Carbono Orgânico Total (COT), Carbono Total (CT), %SV, Teor de Cinzas (%SNV), AE	COT, Sólidos Totais (ST), %SV	-
Nutrientes	N, P, K, Mg, Ca	-	-
Substâncias perigosas inorgânicas	Zn, Cu, Ni, Cd, Pb, Hg, Cr	Zn, Cu, Ni, Cd, Pb, Hg, Cr, Mo, Se, As, F	Zn, Cu, Ni, Cd, Pb, Hg, Se, As
Substâncias perigosas orgânicas	PCB, PCDD/F	-	-

Tabela 2.2: Valores-limite para as substâncias perigosas presentes no material teste. Adaptada de Weber, 2001.

Parâmetro	Valores-limite (mg/kg ps)		
	DIN V 54900-1	EN 13432:2000	ASTM D 6400
Zn	100	150	1400
Cu	23	50	750
Ni	15	25	210
Cd	0,3	0,5	17
Pb	30	50	150
Hg	0,3	0,5	8,5
Cr	30	50	-
Mo	-	1	-
Se	-	0,75	50
As	-	5	20,5
F	-	100	-
PCB	Não especificado	-	-
PCDD/F	Não especificado	-	-

- *Determinação da biodegradabilidade do material teste*

O material deve ser considerado biodegradável de forma inerente e última, para ser considerado organicamente valorizável. E, esta determinação pode ser realizada em ensaios de laboratório, como o ensaio controlado de compostagem aeróbia que determina a biodegradabilidade, ao medir a quantidade de CO_2 produzida (ISO 14855-1, 2005; NP EN 13432, 2015).

Lopes (2013), ao citar Santos Oliveira (1983) e Pagga (1998), define biodegradabilidade inerente como o potencial do material para ser biodegradado (em condições laboratoriais); e biodegradabilidade última como a decomposição de uma substância orgânica por ação dos microrganismos em água, CO_2 , sais minerais e formação de nova biomassa, quando os microrganismos estão na presença de oxigénio, ou em CO_2 , metano, sais minerais e nova biomassa, na ausência de oxigénio.

O processo de biodegradação ocorre no meio natural quando existem condições para a atividade microbiológica. E, frequentemente se observa substâncias ou materiais que em laboratório apresentam uma biodegradabilidade fraca, e se biodegradam totalmente quando expostas as mesmas condições, mas à escala real, em períodos curtos. E, por este motivo deve-se estabelecer uma escala de tempo para reportar os resultados, visto que os materiais de base orgânica se degradam totalmente no meio natural em tempo indeterminado ou ilimitado (Santos Oliveira (1983) citado por Lopes (2013)).

As normas internacionais DIN V 54900, NP EN 13432, 2015 e ASTM D 6400, 1999, sugerem métodos para determinar a biodegradabilidade, representados na tabela 2.3. E, a metodologia para determinar a biodegradabilidade comum as três normas é o método que determina a biodegradabilidade, medida a partir do CO_2 produzido em condições de compostagem (Método 3 para a norma DIN V 54900-2 (1998); a norma ISO 14855-1 (2005) é o método sugerido pela NP EN 13432 (2015); e as normas ASTM D 6002 (1996) e ASTM D 5338 (1998) são os métodos sugeridos pela norma americana ASTM D 6400, 1999).

2.2. COMPOSTAGEM E BIODEGRADABILIDADE

Tabela 2.3: Métodos e requisitos de normas internacionais para determinar a biodegradabilidade do material teste. Adaptado de Weber, 2001.

Norma	DIN V 54900-2	EN 13432:2015	ASTM D 6400
Metodologia de teste	Método 1: Determinação da CBO em respirómetro fechado	ISO 14851:2004	-
	Método 2: Determinação do CO ₂ produzido em meio aquoso	ISO 14852:1999	-
	Método 3: Determinação do CO ₂ produzido em meio sólido (composto)	ISO 14855-1:2005	ASTM D 6002 ASTM D 5338
Material teste	A concentração dos constituintes presentes deve ser superior a 1% (mas não mais que 3% para constituintes sem biodegradabilidade determinada)	A concentração dos constituintes presentes deve ser superior a 1% (mas não mais que 5% para constituintes sem biodegradabilidade determinada)	A concentração dos constituintes presentes deve ser superior a 1%
Duração máxima	6 meses	6 meses	6 meses (1 ano se o material for <i>radiolabeled*</i>)
Nível requerido de biodegradação	60% (homopolímeros) ou 90% (copolímeros) do valor máximo teórico	90% do valor máximo teórico ou 90% do valor de um material de referência adequado	60% (homopolímeros) ou 90% (copolímeros) do valor de um material de referência adequado

* materiais com assinatura radioativa a nível molecular (e.g. produtos farmacêuticos) (Lopes, 2013).

Para determinar a biodegradabilidade, o teste deverá decorrer em reatores estáticos, onde o material teste é misturado a um inóculo estável, como um composto estável e de preferência proveniente de uma estação de compostagem de RSU.

O período máximo de teste definido pelas normas é de 6 meses, e a percentagem de biodegradabilidade é determinada através do rácio da produção de CO₂ medida pela produção máxima teórica de CO₂, dos materiais teste. Sendo que o CO₂ produzido nos reatores apenas com inóculo (controlo do teste) deve ser descontado diretamente na produção dos restantes reatores (ISO 14855-1, 2005; NP EN 13432, 2015).

A norma NP EN 13432, 2015, referencia que a percentagem mínima de biodegradação dos materiais deve ser 90% no total, ou 90% da degradação máxima de uma substância de referência adequada após se ter atingido um patamar tanto no material teste, como na substância de referência.

Com base nestas normas internacionais, diferentes grupos de pesquisa projetaram sistemas respirométricos, que medem o consumo de oxigénio e ou evolução de CO₂ libertado, em contínuo ou de forma discreta, para que se possa determinar ou quantificar a biodegradabilidade em condições de compostagem (Castro-Aguirre et al., 2017).

Castro-Aguirre et al. (2017) descrevem três técnicas de sistemas respirométricos:

1. *Medição respirométrica cumulativa*, que capta o CO_2 libertado ao longo do processo através de uma solução como *hidróxido de sódio (NaOH)*, e posteriormente quantificado por titulação;
2. *Medição respirométrica gravimétrica*, que capta o CO_2 em colunas de absorção preenchidas com grânulos de *NaOH*, e é quantificado pelo aumento de peso nas colunas;
3. *Medição respirométrica direta*, em que o ar de saída é analisado diretamente por sensores, sejam estes de infravermelhos ou cromatográficos, acoplados a um detetor de condutividade térmica para quantificar o CO_2 libertado.

Normalmente os testes de biodegradabilidade são dispendiosos, morosos e o bom funcionamento dos equipamentos e processos requerem constante atenção e monitorização (Castro-Aguirre et al., 2017). E, este teste, realizado por sistemas respirométricos, pode informar sobre a biodegradabilidade de determinado material, mas são necessários testes adicionais, caso o objetivo do estudo não seja apenas para certificar ou avaliar a biodegradabilidade do material (Castro-Aguirre et al., 2017).

- *Determinação da desintegração do material teste*

Determinar o grau de desintegração é outro teste requerido pelas normas internacionais para considerar determinado material como compostável, e a tabela 2.4 mostra o método específico e respetivos requisitos que cada norma exige.

Tabela 2.4: Métodos e requisitos de normas internacionais para determinar o grau de desintegração. Adaptado de Weber, 2001.

Norma	DIN V 54900	EN 13432:2015	ASTM D 6400
Metodologia de teste	DIN V 54900-3 - Teste à escala laboratorial sob condições de compostagem otimizadas	Não especificado (teste à escala laboratorial obrigatório)	Sub-cláusula 6.2; (ASTM D 6002-96: Sub-cláusula 7.2.1)
	DIN V 54900-3 - Teste à escala industrial sob condições de compostagem	Não especificado (teste à escala industrial facultativo)	–
Duração máxima	12 semanas (teste à escala laboratorial) 10 a 15 semanas (teste à escala industrial)	12 semanas	5 semanas (mas pode ser extendido)
Grau requerido de desintegração	90 % da fração crivada < 2 mm	90 % da fracção crivada < 2 mm	90 % da fracção crivada < 2 mm

A norma DIN V 54900-3 (1998) especifica exatamente que método se deve utilizar para os testes de desintegração à escala laboratorial e industrial, ao contrário das normas NP

EN 13432 (2015) e ASTM D 6400 (1999) que indicam os critérios para o teste, mas não especificam o método a utilizar para o teste de desintegração. E, enquanto a norma DIN V 54900-3 (1998) propõe o teste a escala laboratorial e à escala industrial, a norma ASTM D 6400 (1999) exige apenas o teste à escala laboratorial, e a norma NP EN 13432 (2015) apesar de descrever o teste à escala laboratorial como método de referencia, aceita como equivalente o teste em uma estação de tratamento à escala real ou industrial.

Esta última norma, NP EN 13432 (2015), também cita o facto da natureza e condições analíticas do teste de desintegração não permitirem distinguir entre biodegradação e desintegração abiótica, mas que este teste é requerido para demonstrar que se obtém um grau de desintegração suficiente com um tempo específico de tratamento de resíduos biológicos.

O grau de desintegração também pode ser determinado ao utilizar a metodologia da norma ISO 20200, 2004, que igualmente simula condições de compostagem à escala laboratorial, e apresenta um método simples a nível de equipamentos e procedimentos requeridos.

O procedimento da norma ISO 20200, 2004 consiste em misturar o material teste com composto em reatores simples (caixas de polipropileno com dimensões determinadas, e com um pequeno buraco de 5 mm para providenciar as trocas gasosas), que durante no mínimo 45 dias e no máximo 90 dias, estes reatores permanecem à temperatura constante de $58 \pm 2^\circ\text{C}$ e com arejamento de ar (estufa com ventilação). Esta norma, disponibiliza uma calendarização de procedimentos a ter, como a correção da humidade ao adicionar água e o revolvimento do conteúdo de cada reator. E, o grau de desintegração do material teste é determinado de forma semelhante ao requerido nas normas DIN V 54900-3 (1998), NP EN 13432 (2015) e ASTM D 6400 (1999), onde o grau de desintegração requerido por estes testes é de 90% da fração crivada inferior a 2 mm.

- *Avaliação da qualidade e efeitos ecotóxicos do composto*

A qualidade do composto resultante da biodegradação não pode ter impactes negativos quando aplicado ao solo (NP EN 13432, 2015). Assim sendo, ao analisar as três normas principais em discussão, DIN 54900-4 (1997), NP EN 13432 (2015) e ASTM D 6400 (1999), todas propõem que sejam realizados testes para verificar os efeitos de fitotoxicidade dos compostos.

A quarta e última parte da norma DIN 54900 (DIN 54900-4, 1997) é específica, ao apresentar o método de teste a realizar para a avaliação da fitotoxicidade do composto. Mas as normas NP EN 13432 (2015) e ASTM D 6400 (1999) apresentam como documento

base para esta avaliação o OECD (2006), que verifica efeitos de fitotoxicidade sobre a germinação e desenvolvimento de espécies vegetais indicadoras.

Apesar das normas basearem-se em documentos diferentes, os métodos baseiam-se essencialmente em comparar diferenças significativas de qualidade entre os compostos a avaliar e o composto original (inóculo sem material teste). Mas, a norma NP EN 13432 (2015) requer uma avaliação suplementar para comparar com o composto original, com base em determinações específicas de parâmetros físico-químico como a massa volúmica, *ST*, *SV*, teor em sal, pH, presença de nutrientes (N, N-NH₄, P, Mg e Ca) e metais pesados.

MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Plano Experimental

A parte experimental da presente dissertação divide-se essencialmente em cinco fases. A primeira fase representa as caracterizações iniciais (parâmetros físico-químicos) dos materiais teste e inóculo. Os testes de biodegradabilidade, desintegração e fitotoxicidade, a que são submetidos os materiais teste, representam respetivamente as três fases seguintes, sendo que os testes de desintegração e fitotoxicidade são realizados em apenas um ensaio para cada teste, e o teste de biodegradabilidade divide-se em cinco ensaios com objetivos diferentes. E, na quinta e última fase da parte experimental é realizada a caracterização de parâmetros físico-químicos e determinação da qualidade do composto produzido no teste de biodegradabilidade. Assim, a tabela 3.1 apresenta um resumo do plano experimental da presente dissertação, onde são visível as misturas, os objetivos e a descrição de cada ensaio.

Tabela 3.1: Plano experimental.

1ª Fase: Caracterização geral (parâmetros físico-químicos) dos materiais teste e inóculo.			
2ª Fase: Teste de biodegradabilidade			
Ensaio	Misturas	Objetivo	Descrição
E1	I I + Amido	Validar a norma ISO 14855-1:2005.	Durante 15 dias, medir o CO ₂ produzido pelas misturas, com base na norma ISO 14855-1:2005.
E2	I + ALG1	Verificar a adequação do modelo matemático Gompertz.	Durante 41 dias, medir o CO ₂ produzido pelas misturas, com base na norma ISO 14855-1:2005. E, fazer correr o modelo matemático com base em 15 e 41 dias de dados experimentais.
E3	I + ALG2 I + LA1 I + LA2	Determinar a biodegradabilidade dos materiais teste.	
E4	I + PNC1 I + PNA2 I + FNT3	Determinar a biodegradabilidade dos materiais teste	Durante 15 dias, medir o CO ₂ produzido pelas misturas, com base na norma ISO 14855-1:2005.
E5	I + FTSG4 I + FTSG5	e definir o material referência proposto.	
3ª Fase: Teste de desintegração			
Ensaio	Misturas	Objetivo	Descrição
D1	I + ALG1 I + ALG2 I + LA1 I + LA2 I + PNC1 I + PNA2 I + FNT3 I + FTSG4 I + FTSG5	Determinar o grau de desintegração de cada material teste.	Depois de 90 dias, sob condições de compostagem, requeridas na norma ISO 20200:2004, determinar o grau de desintegração do material teste, após crivagem das misturas, de acordo com a mesma norma.
4ª Fase: Teste de fitotoxicidade			
Ensaio	Misturas	Objetivo	Descrição
F1	Turfa Turfa + I (E2) (I + ALG1) (E2) (I + ALG2) (E3) (I + LA1) (E3) (I + LA2) (E3) (I + PNC1) (E4) (I + PNA2) (E4) (I + FNT3) (E4) (I + FTSG4) (E5) (I + FTSG5) (E5)	Determinar os efeitos fitotóxicos do composto produzido nos ensaios do teste de biodegradabilidade	Depois de 37 dias, avaliar a germinação e a biomassa vegetal, de acordo com a norma ISO 16086-1:2011.
5ª Fase: Caracterização de parâmetros físico-químicos e da qualidade do composto produzido no teste de biodegradabilidade.			

3.2 Material teste e Inóculo

Os materiais teste em estudo neste trabalho foram o algodão e a lã adquiridos em comércio convencional, o pêlo de coelho pardo fornecido pela Cortadoria Nacional do Pêlo, e o feltro e lã crua fornecidos pela FEPSA.

Dos materiais em estudo, são utilizadas duas qualidades de algodão e lã, das quais uma das qualidades é adquirida em comércio convencional, cujo o rótulo indica 100% de constituição do respetivo material, e outra qualidade de algodão e lã adquirida em fábrica, com apenas um possível tratamento físico e sem vestígios de tratamento químico.

As amostras dos materiais teste utilizadas são visíveis na figura 3.1 e as respetivas designações são as seguintes:

- algodão comercial (ALG1);
- algodão cru (ALG2);
- lã comercial (LA1);
- lã crua (LA2);
- pêlo natural cru (PNC1);
- pêlo natural acabado (PNA2);
- feltro não tingido (FNT3);
- feltro tingido sem goma (FTSG4);
- feltro tingido com goma (FTCG5).



Figura 3.1: Material teste. A – ALG1; B – ALG2; C – LA1; D – LA2; E – PNC1; F – PNA2; G – FNT3; H – FTSG4; I – FTCG5.

O amido (farinha de arroz de marca Espiga), também é submetido ao teste de biodegradabilidade, embora não faça parte do grupo de materiais em estudo. Neste caso, o amido substitui a celulose (*TLC-thin layer chromatography*), pois segundo a norma ISO 14855-1, 2005 a substância padrão é a celulose (*TLC-thin layer chromatography*), mas Lopes (2013) evidencia que o amido apresenta características que o tornam em um padrão de referência adequado para a utilização em ensaios de biodegradabilidade como os do presente estudo, pois o comportamento da curva de produção de CO_2 é semelhante as curvas das amostras em estudo e consegue biodegradar-se mais do que 70% em 45 dias.

Esta substituição também se deve a baixa suscetibilidade da celulose ao ataque biológico (devido à elevada estabilidade estrutural e dificuldade de hidrólise), que faz da celulose uma substância que geralmente persiste até ao final do processo de compostagem (Haug, 1993). Assim sendo, o amido é a substância padrão escolhida neste estudo pois o comportamento da sua curva de biodegradabilidade é o que melhor se assemelha ao dos materiais teste.

O inóculo utilizado nos testes de biodegradabilidade e desintegração é composto comercializado, proveniente da valorização orgânica da Lipor, que para o processo de fabrico do composto utiliza como matéria-prima resíduos verdes de jardins, parques e cemitérios; resíduos orgânicos de restaurantes e similares (estabelecimentos hoteleiros, bares e cantinas); resíduos orgânicos de mercados, feiras e centros de processamento e/ou distribuição de frutos frescos; e a fração putrescível proveniente dos circuitos de recolha seletiva porta-a-porta junto de habitações (Lipor, 2018).

3.3 Metodologia

3.3.1 Processamento das amostras e inóculo

As amostras dos materiais em estudo são processadas de forma diferente para testes diferentes. As duas qualidades de algodão são rececionadas em quadrados de 1x1 m e espessura inferior a 5 mm, a lã comercial em novelos de 100 g e espessura de aproximadamente 5 mm, a lã crua e o pêlo são recepcionados na sua forma natural e os feltros em forma de chapéus.

Para o teste de biodegradabilidade, todas as amostras são trituradas a 1 mm (ISO 14855-1, 2005), com a utilização do triturador *Retsch SM300* (figura 3.2). As amostras são trituradas em sequência no mesmo triturador, e para evitar contaminação, as primeiras três frações de cada amostra são sempre rejeitadas e o equipamento é, sempre que necessário, limpo com ar comprimido à pressão de 3 bar.



Figura 3.2: Triturador.

Para o teste de desintegração, as amostras de algodão e todas as de feltros são cortadas a 25x25 mm (ISO 20200, 2004). A lã comercial, por estar sob a forma de novelo, manteve a sua largura e é cortada a 25 mm de comprimento. No caso da lã crua e pêlo, estes são cortados em pequenos blocos com diâmetro de aproximadamente 25 mm e que quando prensados têm a espessura inferior a 5 mm.

O inóculo é crivado com crivos normalizados (AFNOR) de 25 mm, 12,5 mm, 6,3 mm e 2 mm para a análise granulométrica, como mostra a figura 3.3. Para os testes de biodegradabilidade e desintegração o inóculo é crivado a 6,3 mm e utilizada a fração inferior, ou seja, a que passa pelo crivo.

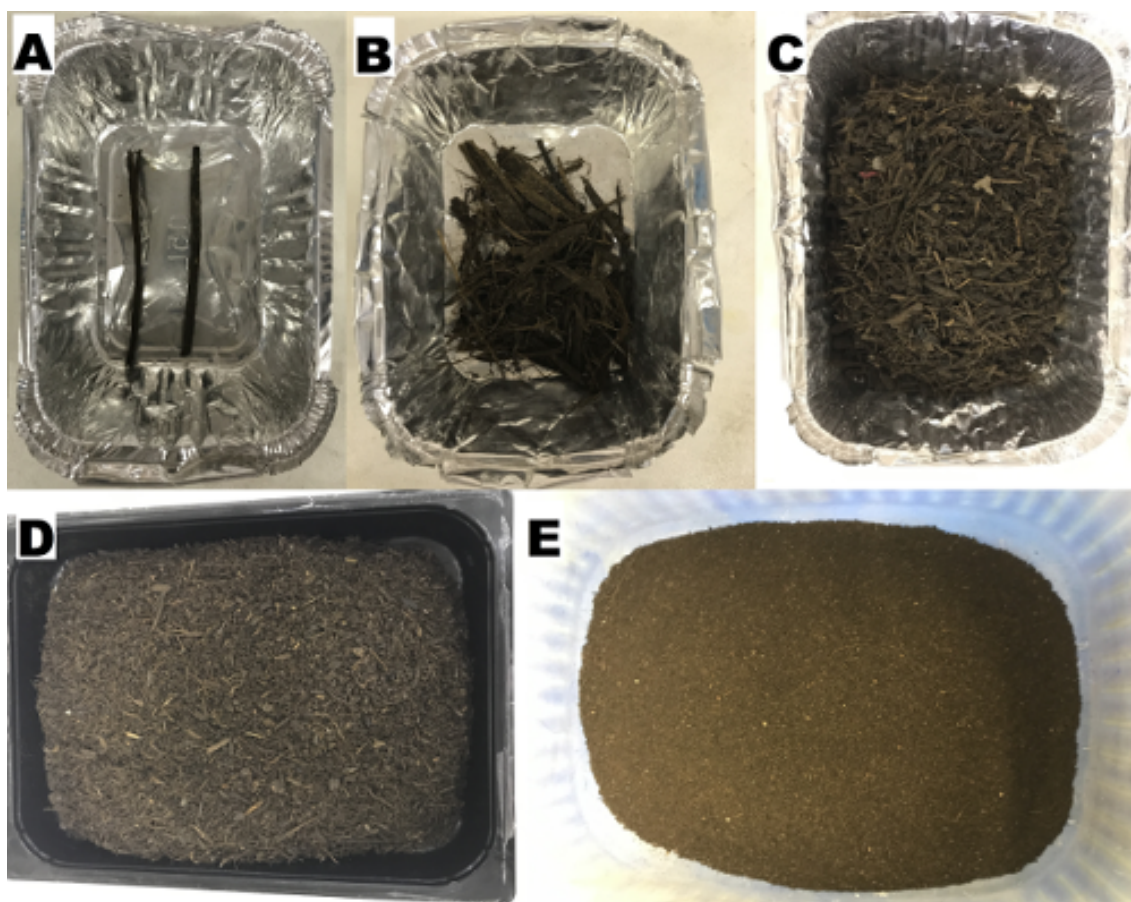


Figura 3.3: Análise granulométrica do inóculo. A-fração superior a 25 mm; B-fração inferior a 25 mm; C-fração inferior a 12,5 mm; D-fração inferior a 6,3 mm; E-fração inferior a 2 mm.

3.3.2 Determinações analíticas

Todos os materiais teste, substâncias de referência e inóculo são caracterizados por parâmetros físico-químicos, seguindo normas técnicas (tabela 3.2). As determinações são feitas recolhendo amostras significativas retiradas de modo aleatório até atingir a quantidade de material necessária para análise de determinado parâmetro.

As misturas preparadas de inóculo e material teste, após correção da umidade, imediatamente antes e depois dos ensaios dos testes de biodegradabilidade e desintegração, são igualmente caracterizadas, permitindo determinar a redução de peso e eventuais alterações dos parâmetros físico-químicos.

Tabela 3.2: Métodos Analíticos.

Parâmetro	Procedimento	Referências normativas
Humidade e <i>ST</i>	Amostra seca em estufa (<i>Memmert</i>) a $105\pm5^{\circ}\text{C}$ até peso constante.	EN 12880:2000
pH e Condutividade Elétrica (CE)	5 g de amostra em 50 ml de água destilada (tipo II). Agitação contínua durante duas horas e leitura com eletrodo apropriado (<i>WTW ino-lab pH 720</i> para o pH e <i>Thermo Scientific ORION 4</i> para a CE). (Para as amostras de <i>ALG1</i> , <i>ALG2</i> , <i>LA1</i> , <i>LA2</i> , <i>PNC1</i> , <i>PNA2</i> , <i>FNT3</i> , <i>FTSG4</i> e <i>FTCG5</i> , devido ao seu volume, a quantidade de amostra foi de 1 g para 50 ml de água destilada).	EN 1276:1998
Sólidos Voláteis	2 g em peso seco (ps) de amostra (triturada a 0,25 mm), levada a combustão a $550\pm25^{\circ}\text{C}$ durante duas horas (mufla <i>Carbolite ESF</i>). Pesagem em balança analítica de precisão (<i>Mettler H80</i>).	EN 12879:2000
Granulometria	Crivagem manual em crivos de malha sucessivamente mais apertada (20 mm, 12,5 mm, 6,3 mm e 2 mm) da amostra em peso húmido.	Não aplicável
Metais Pesados	0,1 g a 0,5 g de amostra (triturada a 0,25 mm) digerida em água régia ($\text{HCl} + \text{HNO}_3$ na proporção de 3:1). Digestão em micro ondas (<i>ETHOS-Milestone</i>) e quantificação por ICP-AES.	EN 13346:2000
Análise Elementar	1 mg de amostra seca (triturada a 0,25 mm) e análise realizada no analisador elementar (<i>EA 1108-Elemental Analyser CHNS-O</i> , <i>Carlo Erba Instruments</i>) de acordo com as instruções do respetivo manual.	Não aplicável

3.3.3 Determinação da Biodegradabilidade

O estudo da biodegradabilidade das amostras à escala laboratorial tem como base a norma ISO 14855-1, 2005, com algumas adaptações. E, para o teste de biodegradabilidade, os resultados experimentais dos ensaios são conseguidos com o auxílio da instalação piloto de compostagem.

3.3.3.1 Instalação Piloto de Compostagem

O teste de biodegradabilidade dos materiais é realizado na instalação piloto concebida por Silveira (1999), que simula condições de compostagem e permite medir a taxa de produção de CO_2 necessária para a determinação da biodegradabilidade do material. Segundo Lopes (2013) esta taxa é um indicador da atividade microbiológica e, consequentemente, da degradação da matéria orgânica.

A figura 3.4 mostra o esquema da instalação piloto de compostagem utilizada para o estudo da biodegradabilidade dos materiais teste da presente dissertação.

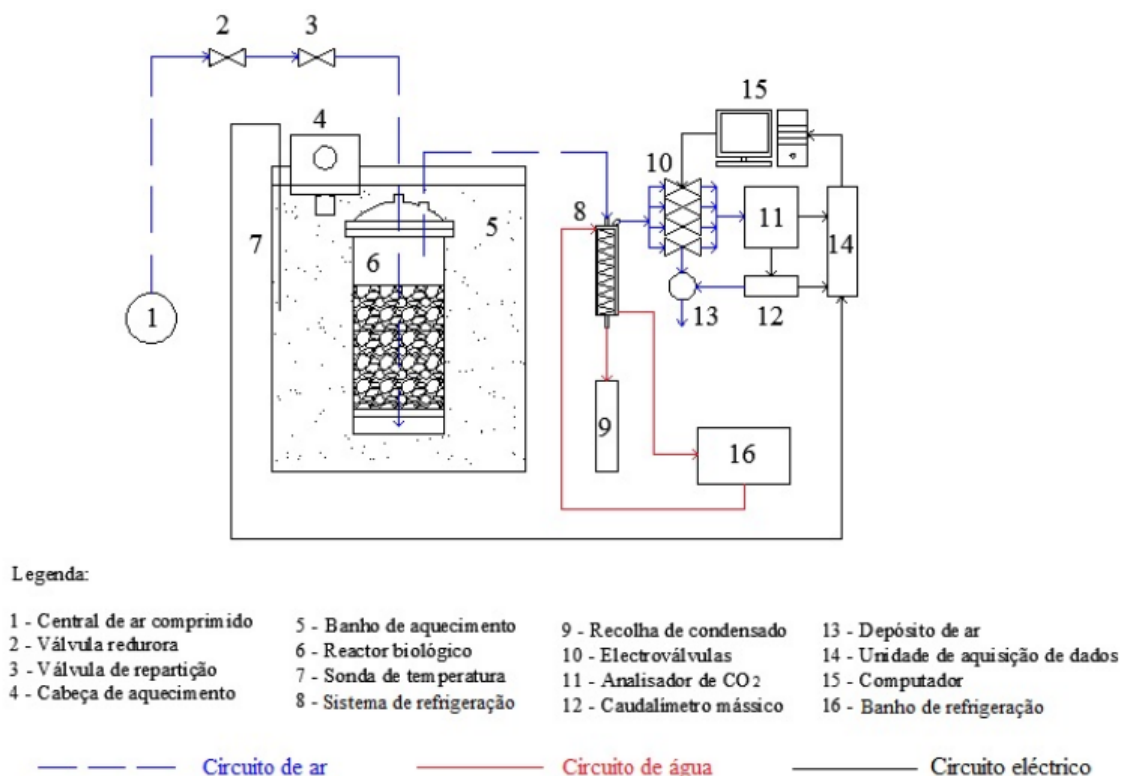


Figura 3.4: Esquema da instalação piloto de compostagem. Fonte: Lopes, 2013.

A instalação piloto é constituída essencialmente por quatro componentes:

- **Reatores biológicos**

Os reatores biológicos são vasos cilíndricos em vidro *pirex*, com dimensões úteis de 23 cm de altura e 9 cm de diâmetro; As tampas dos reatores, também em *pirex*, contêm cinco tubuladuras, usadas para entrada e saída de gases, roscadas e fechadas por rolhas de *Schott-Gl 14*; A tampa ajusta-se ao reator com o auxílio de um anel de silicone e uma cinta metálica com aperto ajustável; No interior de cada vaso existe uma rede plástica com as mesmas dimensões, com o objetivo de reduzir a superfície de contacto entre o vaso e o substrato em compostagem (Silveira, 1999);

- **Linha de ar**

O ar que entra para o sistema é fornecido a partir da central de ar comprimido com uma pressão de 2 bar, e é reduzido a 1 bar por uma válvula redutora; Esse ar passa posteriormente por três válvulas de repartição, montadas em paralelo, com a possibilidade de ajuste individual dos caudais (SKC, 5 – 50 ml/min); O ar é injetado nos reatores através de um tubo de plástico rígido e distribui-se uniformemente pelo substrato com o auxílio de uma rede fina em *inox*, colocada no fundo do reator; Após atravessar o substrato, os gases captados no topo do reator, são encaminhados para um sistema de refrigeração – serpentinas de vidro mergulhadas em uma mistura de álcool e água (1:1), proveniente do banho de refrigeração com circulação (modelo *Haake D1*) regulado para 0°C- onde são arrefecidos e o respetivo condensado recolhido em provetas graduadas. Posteriormente, os gases entram em um conjunto de electroválvulas (modelo micro electroválvulas da *Univer* – Itália) que conduzem esses gases de saída para os aparelhos de medição. Entre os aparelhos de medição e o tubo de saída dos gases para o exterior, há um depósito de plástico com cinco litros que evita oscilações de pressão na linha de ar (Silveira, 1999);

- **Sistema de controlo de temperatura**

Os ensaios são realizados com os reatores imersos em água mantida a 58°C, com o auxílio de uma cabeça de aquecimento com recirculação (modelos *Thermo Haake C10* e *Lauda Alfa*), a temperatura do banho é igualmente controlada a partir de sondas de temperatura – termístores (modelo *ST1* da *Delta T Devices*);

- **Sistema de comando e armazenamento de dados**

A instalação contém um analisador de CO_2 com célula de infravermelhos (modelo *LFH10* da *ADC*, precisão de 0,1% na escala de 0% a 10%); e um caudalímetro mássico (modelo *GFM-1700* da *Aalborg Instruments, Cole-Parmes*, 0 – 500 ml/min em condições *PTN*, precisão de 2%); Estas duas unidades possuem saídas apropriadas para conexão ao sistema de dados (Silveira, 1999);

O sistema de armazenamento de dados é constituído por uma interface (modelo *PC63 relay O\P board*, da *Amplicon Liveline*) instalada em um computador, que controla as electroválvulas através de um *software* específico. Existe também a unidade de aquisição de dados (modelo *Delta Logger* da *Delta T Devices, Brwell - Cambridge*) que recolhe os dados de temperatura, simultaneamente de todas as sondas, no início de cada hora e, nos últimos 30 segundos de cada cinco minutos recolhe a concentração de CO_2 e o caudal de ar (Silveira, 1999).

3.3.3.2 Modo Operatório do Piloto de Compostagem

A instalação piloto de compostagem funciona a temperatura constante ($58^\circ\text{C} \pm 2$) e caudal variável. O caudal é regulado manualmente, quando necessário, para manter a concentração de CO_2 inferior a 10% no ar de saída e evitar a secagem excessiva da mistura (inóculo + material teste). Os ensaios são, sempre que possível, realizados em triplicado. O **Ensaio 1 (E1)** deste teste são mistura de inóculo e amido e um conjunto de reatores apenas com inóculo, com a finalidade de validar o teste. Segundo a norma ISO 14855-1, 2005, o teste é válido se:

- A percentagem de biodegradabilidade da substância de referência, neste caso o amido, é superior a 70% depois de 45 dias;
- O inóculo produzir entre 50 e 150 mg $\text{CO}_2/\text{g SV}$ em dez dias;
- A diferença da percentagem de biodegradabilidade entre reatores com o mesmo material teste é inferior a 20% no final do ensaio.

A tabela 3.3, mostra os ensaios do teste de biodegradabilidade, respetivas misturas e duração.

Tabela 3.3: Ensaios de biodegradabilidade e respetivas mistura e durações.

Ensaios	Mistura do reator	Duração do ensaio (dias)
E1	Inóculo	15
	Inóculo + Amido	
E2	Inóculo + ALG1	41
E3	Inóculo + ALG2	15
	Inóculo + LA1	
	Inóculo + LA2	
E4	Inóculo + PNC1	15
	Inóculo + PNA2	
	Inóculo + FNT3	
E5	Inóculo + FTSG4	15
	Inóculo + FTCG5	

Durante o ensaio os reatores são abertos em intervalos de quatro a cinco dias para serem revolvidos. O revolvimento dos reatores consiste em abrir um reator de cada vez, pesar, retirar todo o material, destruir aglomerados, adicionar água se necessário, revolver, recolocar o material no reator e fazer uma pesagem final. O revolvimento é importante pois permite manter a humidade necessária e melhorar a dispersão do ar.

O tempo de cada ensaio é de 15 dias, com exceção do [Ensaio 2 \(E2\)](#). O período de ensaio é estabelecido em ensaios preliminares, e tal como [Lopes \(2013\)](#) fixa entre 8 a 17 dias, este tempo mostrou ser o necessário para que a concentração de CO_2 registada fosse muito próxima de zero (fase *plateau*). E, o [E2](#) dura mais tempo, 41 dias, para verificar a adequação do modelo matemático na simulação de resultados de mais tempo em ensaio de apenas 15 dias.

3.3.3.3 Método de cálculo do teste de biodegradabilidade

Para determinar a [percentagem de biodegradabilidade \(Bio \(%\)\)](#), inicialmente calcula-se a [taxa de produção de dióxido de carbono \(\$\text{TxCO}_2\$ \)](#), a partir da medição (mássica) do [caudal de ar \(\$Q_{ar}\$ \)](#) (ml/min) e da concentração de CO_2 (% v/v) no ar de saída dos reatores, tal como na equação 3.1.

$$\text{TxCO}_2 \text{ (g/h)} = \frac{Q_{ar} \times 60 \times (\text{CO}_2 - 0,03) \times 44}{10^5 \times 22,4} \quad (3.1)$$

A partir dos valores da TxCO_2 obtém-se a produção acumulada de CO_2 , em gramas, visto que a produção acumulada de CO_2 num determinado momento (t) corresponde ao somatório das taxas de produção de CO_2 , medidas no intervalo de tempo [0, t] e é expressa em gramas.

Outra variável para determinar a [Bio \(%\)](#) é a [produção máxima teórica de dióxido de carbono \(\$\text{ThCO}_2\$ \)](#), em gramas por reator, que é calculada com base nos resultados da análise elementar e na equação 3.2.

$$\text{ThCO}_2 \text{ (g)} = M \times C \times \frac{44}{12} \quad (3.2)$$

Onde:

- M é a massa do material (em gramas de [ps](#));
- C é a percentagem do carbono orgânico total constituinte do material, em grama por grama;
- 44 é a massa molecular do CO_2 e 12 é a massa atómica do carbono.

Deste modo, a **Bio (%)** é dada pelo rácio de **CO₂** acumulado produzido pelo material teste e a **ThCO₂** que poderá ser produzida pelo mesmo material. E, o cálculo da **Bio (%)** é dado pela equação 3.3.

$$\text{Bio (\%)} = \frac{(\text{CO}_2)_T - (\text{CO}_2)_B}{\text{ThCO}_2} \times 100\% \quad (3.3)$$

Onde:

- $(\text{CO}_2)_T$ é a quantidade de **CO₂** acumulado que evolui em cada reator com material teste, em $\text{gCO}_2/\text{reator}$;
- $(\text{CO}_2)_B$ é a média de produção de **CO₂** acumulado dos reatores de controlo, em $\text{gCO}_2/\text{reator}$.

Uma vez que há limitações de tempo devido ao número de ensaios e outros testes que decorrem em simultâneo, com o auxílio do modelo matemático de Gompertz, é simulado mais tempo para a determinação da biodegradabilidade.

O modelo de Gompertz é aplicado por Silveira (1999), onde a autora justifica a produção acumulada de **CO₂** em sistemas descontínuos de compostagem com comportamento signoidal, sendo este o modelo mais adequado para descrever curvas deste tipo. Assim, o modelo é aplicado no presente estudo, ajustando-se aos dados experimentais da produção acumulada de **CO₂** de modo a prever a evolução da mesma produção a 45 dias. E, com base no método dos mínimos quadrados determinado pelo *software Excel (Solver)*, é possível estimar os parâmetros do modelo, visíveis na equação seguinte (3.4).

$$Y = A \exp^{-\exp(B-C \times T)} \quad (3.4)$$

Onde:

- Y é a produção de **CO₂** em gCO_2 ;
- A , B e C são parâmetros;
- t é a variável tempo em horas.

Para facilitar a atribuição de valores iniciais são atribuídos significados biológicos aos parâmetros A , B e C , visíveis nas equações 3.5, 3.6 e 3.7 (Silveira, 1999):

$$A = \ln\left(\frac{Y_{\text{máx}}}{Y_0}\right) \quad (3.5)$$

$$B = \frac{\mu_{\text{máx}} \times \exp(1) \times \lambda}{A + 1} \quad (3.6)$$

$$C = \frac{\mu_{\text{máx}} \times \exp(1)}{A} \quad (3.7)$$

Onde:

- $Y_{\text{máx}}$ e Y_0 são a produção máxima e a produção inicial (gCO_2), respetivamente;
- λ é a duração da fase de latência em horas;
- $\mu_{\text{máx}}$ é a taxa específica máxima de produção (gCO_2/h).

Uma vez que Y_0 é muito reduzido quando comparado com $Y_{\text{máx}}$, A iguala a $Y_{\text{máx}}$.

3.3.4 Determinação da desintegração

A capacidade dos materiais em estudo desintegrarem-se em condições de compostagem é determinada com base na norma ISO 20200, 2004 com as seguintes adaptações:

- O corte de preparação para a mostra de LA1 é de 25 mm de comprimento, mantendo a sua espessura e largura originais (aproximadamente 5 mm), uma vez que esta amostra se encontra em forma de novelo;
- A preparação das amostras de PNC1, PNA2 e LA2 é igualmente especial, sendo preparados pequenos blocos de diâmetro perto de 25 mm e espessura aproximada a 5 mm quando prensados, pois estas amostras não apresentam forma e estrutura que permita simplesmente cortar como indica a norma;

Para este estudo são montados 27 reatores, três para cada material teste.

As amostras de feltro (FNT3, FTSG4 e FTCG5) e algodão (ALG1 e ALG2) são facilmente cortadas como indica a norma ISO 20200:2015 (25x25 mm), apesar do ALG2, que ao contrário do ALG1, não se ter mantido rígido e se ter enrolado.

Antes de adicionar 10 g em peso seco de material teste ao inóculo com 55% de humidade, as amostras de material teste são imersas em água destilada do tipo II por menos de 30 segundos.

Os reatores consistem em caixas de polipropileno com tampa e dois pequenos buracos de 5 mm, um em cada extremidade, para circulação de ar. Os reatores com as respetivas misturas são mantidos a $58\pm 2^{\circ}\text{C}$ em estufa (Memmert) durante 90 dias, tempo máximo de ensaio exigido pela norma.



Figura 3.5: Reatores de desintegração, caixas de polipropileno, dentro da estufa.

A norma disponibiliza uma calendarização para o modo operativo, tabela 3.4, que indica quando revolver e a quantidade de água destilada a acrescentar quando necessário.

Tabela 3.4: Calendarização do modo operatório do ensaio de desintegração.

Tempo de ensaio (dias)	Operação
0	Anotar peso inicial
1,2,3,4,7,9,11,14	Pesar reator e adicionar água para restaurar a massa inicial, se necessário. Revolver massa.
8,10,16,18,21,23,25,28	Pesar reator e adicionar água para restaurar a massa inicial, se necessário. Não revolver massa.
30,45	Pesar reator e adicionar água para restaurar 80% da massa inicial, se necessário. Revolver massa.
De 30 até 60	Pesar reator e adicionar água para restaurar 80% da massa inicial, se necessário. Não revolver massa.
A partir de 60	Pesar reator e adicionar água para restaurar 70% da massa inicial, se necessário. Não revolver massa.

No final do ensaio, os reatores são abertos e o conteúdo seco a 58°C, até atingir peso constante, e individualmente crivados a 6,3 mm e posteriormente a 2 mm. Das frações acima de 2 mm é recuperado todo o material teste residual. O material recuperado é cuidadosamente lavado, seco até peso constante e registado o respetivo peso para o cálculo do grau de desintegração.

O material teste residual recuperado da fração superior a 2 mm é considerado como material que não se desintegrou. E, a norma NP EN 13432, 2015 especifica que este material teste residual recuperado na fração superior a 2 mm, em peso seco, não deve ser superior a 10%.

3.3.4.1 Método de cálculo do teste de desintegração

A percentagem do grau de desintegração (D (%)) é calculada pela diferença de peso do material teste no início do ensaio e do material residual recuperado das frações acima de 2 mm, tal como mostra a equação 3.8.

$$D (\%) = \frac{P_i - P_{f>2mm}}{P_i} \times 100\% \quad (3.8)$$

Onde:

- P_i é o peso inicial do material teste, em peso seco;
- $P_{f>2mm}$ é o peso do material teste recuperado das frações superiores a 2 mm, em peso seco.

3.3.5 Determinação da fitotoxicidade

O teste de fitotoxicidade tem como base a norma EN 16086-1, 2011, que descreve o método para determinação dos efeitos no solo e suporte de culturas pelo crescimento da couve chinesa.

Este método consiste na aplicação direta das amostras, ou seja, do composto (mistura com materiais teste) resultado do ensaio de biodegradabilidade, em vasos.

No total são montados 46 vasos, dos quais cinco apenas com turfa (controlo global ou branco), cinco com mistura turfa mais inóculo em proporções 50:50, e quatro vasos para cada amostra de material teste igualmente misturados com turfa e em proporções de 50:50.

Em todos os vasos são colocadas 20 sementes de couve chinesa. No quinto dia de ensaio é feita a contagem do número de sementes germinadas dos vasos de controlo para validação do teste, pois segundo a norma, o teste é válido se a média de germinação da amostra controlo for igual ou superior a 85% após cinco dias.

Durante o ensaio os vasos são regados com água destilada e solução de nutrientes sempre que necessário.

No final do ensaio realiza-se a pesagem da biomassa vegetal desenvolvida em cada vaso para determinação da inibição de crescimento.

3.3.5.1 Método de cálculo do teste de fitotoxicidade

Para o ensaio de fitotoxicidade é determinada a taxa de germinação ($Ge (\%)$), a inibição de germinação ($IGe (\%)$) e a inibição de crescimento ($ICr (\%)$) ao serem aplicadas as equações 3.9, 3.10 e 3.11, respetivamente.

$$Ge (\%) = \frac{NSG_5}{NSP} \quad (3.9)$$

$$IGe (\%) = \frac{tGe_{controle} - tGe_{mt}}{tGe_{controle}} \times 100\% \quad (3.10)$$

$$ICr (\%) = \frac{mPP_{controle} - mPP_{mt}}{mPP_{controle}} \times 100\% \quad (3.11)$$

Onde:

- NSG é o número de sementes germinadas em 5 dias de ensaio;
- NSP é o número de sementes plantadas;
- $tGe_{controle}$ é a taxa de germinação média dos vasos de controle;
- tGe_{mt} é a taxa de germinação média dos vasos com material teste;
- $mPP_{controle}$ é a média do peso de uma planta dos vasos de controle;
- mPP_{mt} é a média do peso de uma planta dos vasos com material teste.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização dos materiais em estudo e do inóculo

O inóculo e os materiais em estudo são caracterizados por parâmetros físico-químicos, para fins de cálculos antes dos ensaios realizados, e de forma a obter informação para melhor interpretar o comportamento dos materiais nos mesmos ensaios e depois destes. Na tabela 4.1, encontram-se as características do inóculo, dos materiais teste e substâncias de referência.

Tabela 4.1: Caracterização físico-química do inóculo, amido e materiais teste.

Amostras	ST (%)	SV (%ps)	pH	CE a 25°C ($\mu\text{S}/\text{cm}$)
Inóculo	70	54,3 ($\pm 0,262$)	8,3	4192
Amido	87	99,7 ($\pm 0,004$)	5,2	356
ALG1	95	98,5 ($\pm 0,027$)	6,5	384
ALG2	96	98,6 ($\pm 0,010$)	7,5	358
LA1	94	99,7 ($\pm 0,020$)	2,8	498
LA2	95	99,9 ($\pm 0,031$)	3,3	281
PNC1	95	98,1 ($\pm 0,02$)	5,4	493
PNA2	95	98,6 ($\pm 0,02$)	2,8	1458
FNT3	94	99,8 ($\pm 0,02$)	3,0	454
FTSG4	94	99,7 ($\pm 0,01$)	3,2	316
FTCG5	95	99,4 ($\pm 0,06$)	3,4	296

(desvio padrão)

Nos resultados da caracterização, verifica-se que o inóculo tem uma humidade baixa, cerca de 30%, um teor de sólidos voláteis de 54%, a condutividade elétrica acima de $4000 \mu\text{S/cm}$, e o pH ligeiramente alcalino. Estes valores seriam de esperar em um composto estável.

Os materiais teste apresentam uma humidade muito baixa, inferior a 10%, com exceção da substância padrão, o amido, que a humidade é ligeiramente superior, com cerca de 13%. O teor de matéria orgânica é alto para todos os materiais, uma vez que apresentam valores de sólidos voláteis superiores a 98%.

O pH dos materiais encontra-se essencialmente em um intervalo ácido, com exceção das amostras de algodão que apresentam um pH mais neutro. A condutividade elétrica de todos os materiais varia entre 280 e $500 \mu\text{S/cm}$, apenas o PNA2 possui a condutividade elétrica de $1500 \mu\text{S/cm}$, provavelmente devido ao tratamento químico que este recebe para posterior etapa de feltragem.

A tabela 4.2 apresenta o resultado da análise elementar, expressa em percentagem de peso seco, das amostras dos materiais teste.

Tabela 4.2: Análise Elementar do inóculo, amido e materiais teste.

Amostras	Análise Elementar (%ps)				C/N
	N	C	H	S	
Inóculo	2,87 ($\pm 0,05$)	30,93 ($\pm 0,54$)	2,97 ($\pm 0,13$)	nd	11
Amido	0,20 ($\pm 0,00$)	41,60 ($\pm 0,40$)	6,30 ($\pm 0,00$)	nd	208
ALG1	0,30 ($\pm 0,00$)	42,95 ($\pm 0,62$)	6,25 ($\pm 0,36$)	nd	143
ALG2	0,30 ($\pm 0,00$)	43,4 ($\pm 0,25$)	6,60 ($\pm 0,05$)	nd	145
LA1	16,00 ($\pm 0,52$)	48,7 ($\pm 1,16$)	7,00 ($\pm 0,37$)	2,60 ($\pm 0,27$)	3
LA2	15,90 ($\pm 0,15$)	47,6 ($\pm 0,35$)	6,70 ($\pm 0,05$)	5,60 ($\pm 0,25$)	3
PNC1	14,70 ($\pm 0,20$)	46,6 ($\pm 0,19$)	6,40 ($\pm 0,17$)	nd	3
PNA2	15,00 ($\pm 0,20$)	45,0 ($\pm 0,65$)	6,20 ($\pm 0,10$)	4,60 ($\pm 0,15$)	3
FNT3	15,70 ($\pm 0,05$)	48,1 ($\pm 0,15$)	6,60 ($\pm 0,05$)	3,40 ($\pm 0,05$)	3
FTSG4	13,70 ($\pm 0,24$)	44,2 ($\pm 0,57$)	6,20 ($\pm 0,07$)	4,90 ($\pm 0,18$)	3
FTCG5	13,60 ($\pm 0,07$)	45,2 ($\pm 0,11$)	6,20 ($\pm 0,11$)	5,10 ($\pm 0,26$)	3

(desvio padrão); nd - não detetado

Todos os materiais têm a percentagem de carbono semelhante ao variar entre 42 e 49%. O mesmo não acontece com o azoto, onde é notória a diferença entre os valores para materiais de origem vegetal e animal. Os materiais de origem vegetal têm a percentagem de azoto inferior a 1%, e os de origem animal têm a percentagem de azoto perto de 15%.

A semelhante percentagem de carbono dos materiais para diferentes percentagens de azoto, tem como consequência valores baixos de C/N para os materiais teste de origem animal, cerca de 3, e valores altos para os materiais teste de origem vegetal, entre 100 e 210. Quanto ao enxofre, é apenas detetado nos materiais de origem animal, uma vez que este é constituinte da queratina, uma proteína animal.

Em suma, dado o elevado teor de matéria orgânica, todos os materiais têm potencial para biodegradarem, mas é igualmente necessário serem suscetíveis ao ataque de microrganismos, segundo Haug (1993). Uma vez que a percentagem de SV do inóculo é inferior a dos materiais teste, indica que o inóculo possui menor matéria orgânica, e deste modo os microrganismos degradam os materiais teste, sem preferirem o inóculo, segundo Castro-Aguirre et al. (2017).

Apesar de ser referido na Norma NP EN 13432, 2015, que materiais de origem natural devem ser aceites como biodegradáveis sem necessidade de ensaios, a presente dissertação representa o início do estudo de têxteis de pós-consumo, que certamente passam por processos químicos, e o potencial dos mesmos serem valorizados pelo processo de compostagem, sem comprometer a qualidade do composto.

4.2 Teste de Biodegradabilidade

A biodegradabilidade dos materiais é quantificada pela produção de CO_2 , um indicador relacionado com a atividade dos microrganismos.

Para o teste de biodegradabilidade são realizados cinco ensaios com objetivos diferentes (tabela 3.1). A proporção das misturas é de 5:1, correspondentes a 175 g ps de inóculo para 35 g ps de material teste, com correção de humidade para 50% em cada reator (preparação das misturas visíveis nas tabelas II.1 e II.2 do anexo II. Os resultados dos ensaios apresentados são as médias dos reatores individuais, visto que a diferença de produção final entre reatores com o mesmo conteúdo é inferior a 20%. E, as curvas correspondentes aos materiais, apresentam o desconto da produção de CO_2 do controlo (inóculo) para comparação direta do comportamento individual das amostras de cada material teste.

As necessidades de aumentar e diminuir o caudal de ar, principalmente no início de cada ensaio, é variável entre ensaios, pois estes representam amostras de materiais diferentes e consequentemente com comportamentos distintos.

O primeiro ensaio, E1, representado na figura 4.1, é experimental e de validação. Este ensaio valida a norma ISO 14855-1, 2005, visto que a produção de CO_2 do controlo (reatores

apenas com inóculo) deve ser entre 50 e 150 mgCO₂/gSV em 10 dias, e a substância padrão, o amido, deverá degradar mais de 70% depois de 45 dias de ensaio. E, com o objetivo de otimizar o processo, neste ensaio também se verifica o correto funcionamento da instalação piloto de compostagem, ao perceber as necessidades iniciais de caudal de ar e estabelecer a frequência de revolvimento para controlo da humidade.

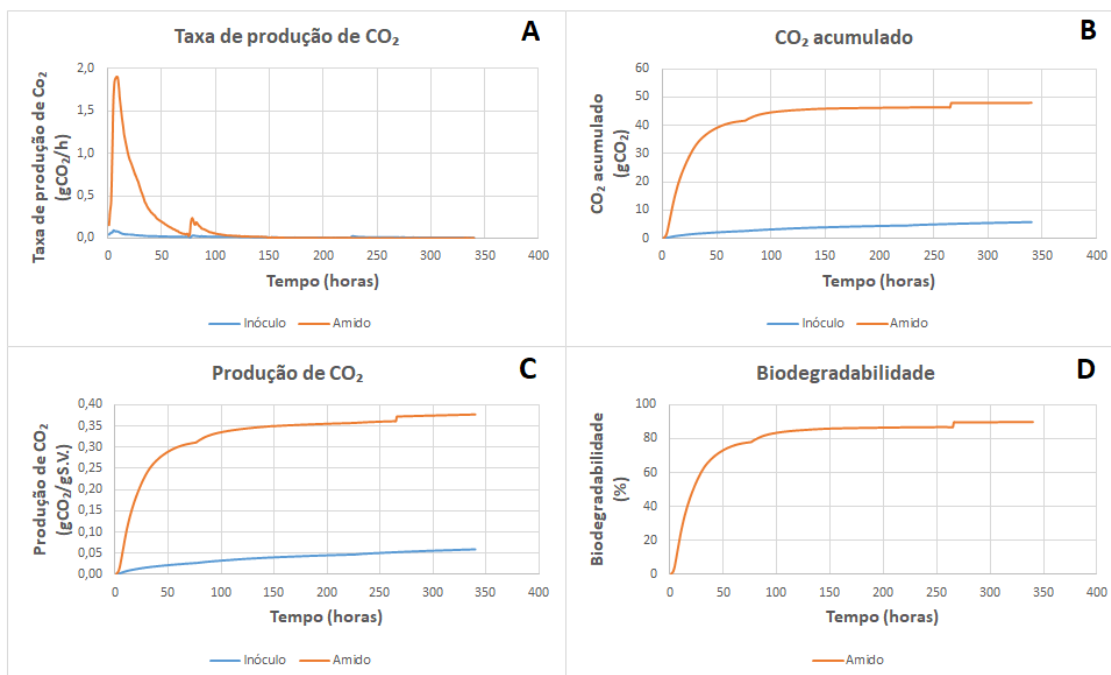


Figura 4.1: Taxa de produção (A) e produção acumulada de CO₂ (B), produção acumulada de CO₂ em relação aos SV (C) e biodegradabilidade (D) do E1.

Este ensaio, E1, contempla seis reatores de controlo (inóculo) e quatro reatores de mistura (inóculo + amido). Os reatores de controlo produzem, em média, 4,85 gCO₂ em 10 dias, correspondentes a 49,61 mgCO₂/gSV. O inóculo utilizado encontra-se a 0,78% do limite inferior indicado pela norma, e por ser uma diferença inferior a 1% o teste prossegue com este mesmo inóculo.

O amido, a substância padrão, ao fim de 340 horas (cerca de 14 dias) apresenta uma biodegradabilidade de 89,95%, o que o determina como substância padrão e revela a atividade do inóculo, uma vez que a norma ISO 14855-1, 2005 indica que o padrão deverá degradar mais de 70% depois de 45 dias de ensaio.

O segundo ensaio, E2, figura 4.2, representa a mistura "inóculo + ALG1" é o mais longo com 976 horas (cerca de 41 dias).

O principal objetivo deste ensaio é verificar a adaptabilidade e sensibilidade do modelo matemático Gompertz, para simular resultados de mais tempo (45 dias) em ensaios de 15 dias.

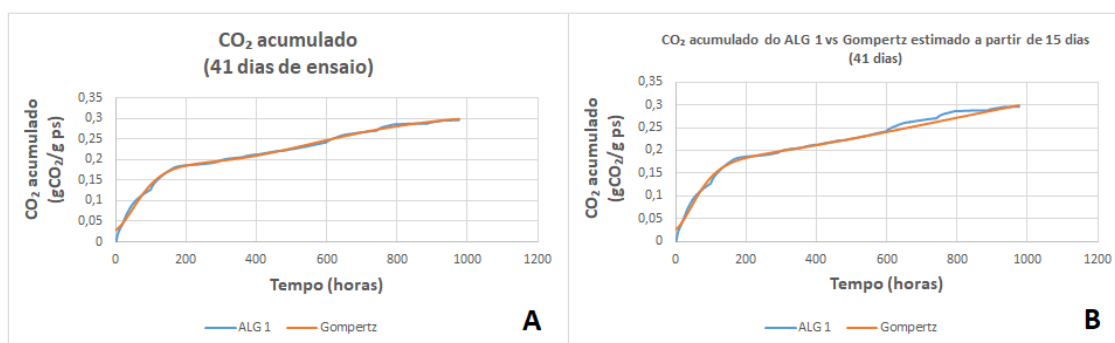


Figura 4.2: Ajuste do modelo matemático Gompertz a curva de CO₂ acumulado do ALG1 com 41 dias de dados experimentais de base (A) e com 15 dias de dados experimentais de base (B).

A diferença entre as imagens A e B da figura 4.2 são os dados experimentais que o modelo matemático Gompertz utiliza como base. A imagem "A" representa o ajuste do modelo com 41 dias de dados base de CO₂ acumulado do ALG1. Visto ajusta-se bem a curva (imagem A), faz-se correr o modelo com 15 dias de dados base, e este alcança o mesmo valor obtido de CO₂ acumulado experimental de ALG1 (imagem B). Deste modo, este modelo matemático mostra-se consistente, sendo possível estimar a biodegradabilidade com base em dados de 15 dias de ensaio, caso as amostras em estudo atinjam dentro deste período a fase *plateau*.

4.2.1 Biodegradabilidade do Algodão e Lã

O estudo da biodegradabilidade do algodão e lã comercial (ALG1 e LA1) é realizado com base no procedimento descrito na norma ISO 14855-1, 2005, que por sua vez também representa o potencial das amostras serem sujeitas à compostagem.

A preparação das misturas para estes ensaios (E2 e Ensaio 3 (E3)), encontra-se descrita na tabela II.1 do anexo II. Estes ensaios representam o estudo da biodegradabilidade do ALG1 e LA1, e têm como substância de referência o ALG2 e a LA2 respetivamente.

As substâncias de referência ALG2 e LA2 representam o estado das amostras na sua forma crua, das quais poderá ser calculada a biodegradabilidade relativa, segundo a norma NP EN 13432, 2015, caso a biodegradabilidade absoluta não atinja 90%.

A interpretação dos resultados é mais significativa quanto maior for o período de teste, mas quando a fase *plateau* se estabelece, indica que os incrementos de produção de CO₂ a verificar posteriormente não deverão ser significativos (Lopes, 2013).

Deste modo, pode-se avaliar o resultado de biodegradabilidade do material em relação a respetiva substância de referência quando atingida a fase *plateau* em ambos.

A figura 4.3, descreve a produção de CO_2 , do grupo de amostras dos ensaios E2 e E3, durante o período experimental.

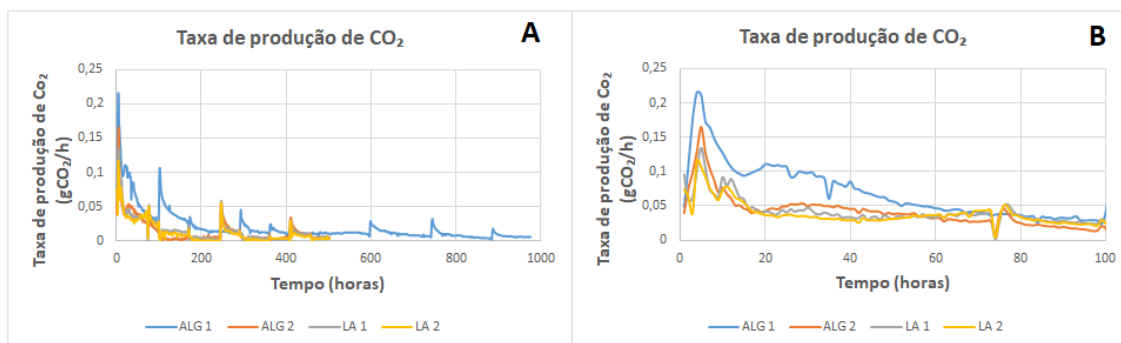


Figura 4.3: Taxa de produção de CO_2 das amostras de ALG1, ALG2, LA1 e LA2, representada durante o período experimental (A), e um corte com dados das taxas de produção das primeiras 100 horas das mesmas amostras (B).

Os dados experimentais do ALG1 são os do E2, que dura 976 horas (cerca de 41 dias), e por este motivo, na imagem "A" da figura 4.3, observa-se que a curva desta amostra é mais longa em relação as outras, pois o E3 dura 502 horas (perto de 21 dias).

O comportamento das curvas das diferentes amostras é muito semelhante, e ao analisar a figura 4.3, são perceptíveis sucessivos picos mínimos que representam o revolvimento dos reatores e picos máximos que podem estar associados ao surgimento de novas populações de microrganismos (Lopes, 2013). A imagem "B" da mesma figura ilustra um corte das primeiras 100 horas de produção de CO_2 , onde é evidente que se atinge a produção máxima de CO_2 em menos de 24 horas.

A produção acumulada em gramas de peso seco de CO_2 e a biodegradabilidade deste grupo de amostras são representadas pelas curvas da figura 4.4.

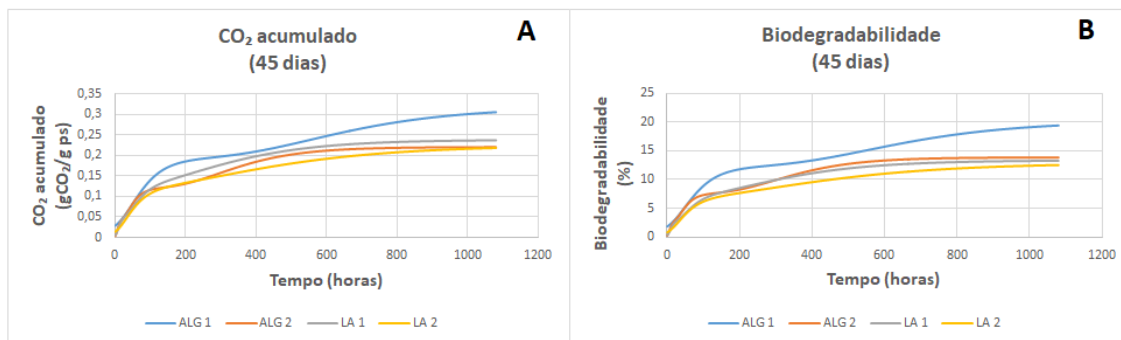


Figura 4.4: Curvas do CO_2 acumulado (A) e da biodegradabilidade (B) do ALG1, ALG2, LA1 e LA2.

As curvas das imagens "A" e "B" da figura 4.4 são geradas a partir do modelo matemático

Gompertz, que simula 45 dias de ensaio com 15 dias de dados experimentais como base. É visível que em relação ao total biodegradado, mais de metade da biodegradação é realizada antes das primeiras 200 horas (cerca de 8 dias), e o modelo matemático revela uma fase *plateau* a estabelecer-se perto da hora 600 (25 dias), a partir da qual até ao final das curvas há um incremento de CO_2 inferior a 4% em qualquer uma das curvas.

As amostras em estudo, tanto o **ALG1** como a **LA1**, mostram-se mais biodegradáveis que as respetivas substâncias de referência (**ALG2** e **LA2**). Este facto poderá ser dos eventuais processos industriais de produção dos materiais, que os deixam mais suscetíveis ao ataque de microrganismos em condições de compostagem, ao contrário das substâncias de referência que se encontram em estado cru e sem tratamento químico.

Por consequência das substâncias de referência serem menos biodegradáveis que os materiais teste, em termos absolutos, ao calcular a biodegradabilidade relativa as mesmas, dado que a absoluta não atinge 90%, os materiais são considerados 100% biodegradáveis, como indica a tabela 4.3.

Tabela 4.3: Biodegradabilidade absoluta e relativa a substância de referência do algodão e lã em 15 e 45 dias.

Amostras	ThCO ₂ (gCO ₂ / g ps)	Dados Experimentais (15 dias)			Dados do Modelo Gompertz (45 dias)		
		CO ₂ Acumulado	Biodegradabilidade (%)		CO ₂ Acumulado	Biodegradabilidade (%)	
		(gCO ₂ / g ps)	Absoluta	Relativa	(gCO ₂ / g ps)	Absoluta	Relativa
ALG1	1,57	0,21 (± 0,03)	13	100	0,31	20	100
ALG2	1,59	0,17 (± 0,01)	11		0,22	14	
LA1	1,79	0,19 (± 0,03)	11	100	0,24	13	100
LA2	1,74	0,15 (± 0,01)	9		0,22	13	

(desvio padrão)

Deste modo, a amostra de **ALG1**, em 15 e 45 dias demonstra ter uma biodegradabilidade de 13% e 20% respetivamente, em termos absolutos, ao corresponderem a 0,21 gCO₂/g ps e a 0,31 gCO₂/g ps. Este material é 100% biodegradável quando relacionado com a substância de referência (**ALG2**) em ambos os períodos de tempo.

Para a amostra de **LA1**, em 15 e 45 dias, esta demonstra ter uma biodegradabilidade de 11% e 13% respetivamente, que correspondem a 0,19 gCO₂/g ps e 0,24 gCO₂/g ps, em termos absolutos. Tal como no algodão, a amostra de lã também é 100% biodegradável quando relacionada com a substância de referência (**LA2**).

O baixo grau de biodegradabilidade das amostras poderá estar associado à razão C/N, que para as amostras de algodão é muito elevada, com valores perto de 145, e para as

amostras de lã a razão C/N é de três, valores muito baixos. Outra possível explicação da diferença do grau de biodegradabilidade dos dois materiais em estudo (ALG1 e LA1) poderá estar nos processos de produção industrial dos respectivos têxteis.

Os materiais de algodão e lã apresentam estruturas moleculares diferentes, onde a celulose é o principal constituinte das fibras de algodão e a queratina a da lã. Ao comparar as duas qualidades de fibras, pela tabela 4.3 é possível verificar que de forma geral o algodão é mais biodegradável que a lã, mas a percentagem de biodegradabilidade dos materiais considerados substâncias de referência (ALG2 e LA2) estão muito próximos, o que de todo não se pode concluir que a celulose seja mais biodegradável que a queratina, para além de que Cook (1984) diz ser ao contrário, e os valores de ThCO₂ mostram que a lã produz teoricamente mais CO₂ que o algodão.

4.2.2 Biodegradabilidade do Feltro

O estudo da biodegradabilidade do feltro representa os ensaios Ensaio 4 (E4) e Ensaio 5 (E5), onde os feltros FNT3, FTSG4 e FTSG5 representam as sucessivas etapas de tratamento, e o PNC1 e PNA2 as substâncias de referência.

Tal como no grupo de materiais teste anterior (4.2.1), o teste de biodegradabilidade é realizado com base no procedimento descrito na norma ISO 14855-1, 2005, e também representa o potencial deste grupo de amostras ser sujeito à compostagem.

A preparação das misturas destes ensaios (E4 e E5) encontra-se na tabela II.2 do anexo II, e as curvas posteriormente descritas têm os valores do inóculo devidamente descontados, para melhor análise e comparação entre curvas.

O E4 tem como principal objetivo, para além do estudo da biodegradabilidade absoluta de cada material teste, escolher a substância de referência para o feltro. Há duas possíveis substâncias de referência, o PNC1 e o PNA2. A diferença entre as duas é que o PNC1 é uma amostra crua e sem tratamento, enquanto que o PNA2 é o PNC1 que passa por um tratamento químico ácido, que promove uma parcial degradação da queratina das fibra para a posterior fase de feltragem.

Na figura 4.5 é possível analisar as duas substâncias de referência e verificar que o PNA2 biodegrada-se com mais facilidade que o PNC1, ao produzir mais CO₂, e que a curva do CO₂ acumulado do PNA2 está mais perto da primeira amostra de feltro (FNT3).

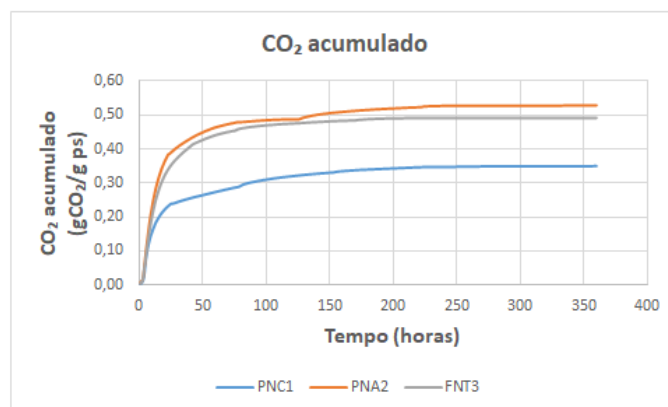


Figura 4.5: Curvas de produção de CO_2 acumulado do PNC1, PNA2 e FNT3.

Visto que a produção de CO_2 do PNC1 é significativamente inferior as do PNA2 e FNT3, e consequentemente a produção de CO_2 do PNA2 é superior a do feltro, é desta forma escolhido o PNA2 como substância de referência para os feltros.

Mas, de acordo com a norma NP EN 13432, 2015, materiais que não tenham sido quimicamente modificados e com constituintes de origem natural, devem ser aceites como biodegradáveis sem necessidade de testes de biodegradabilidade. Desta forma o PNC1 é considerado biodegradável, apesar de ter sido submetido ao teste de biodegradabilidade, e também é considerado substância de referência para o estudo da presente dissertação.

A produção de CO_2 durante o período experimental (15 dias) das diferentes etapas do feltro e das substâncias de referência (PNC1 e PNA2) é visível na figura 4.6.

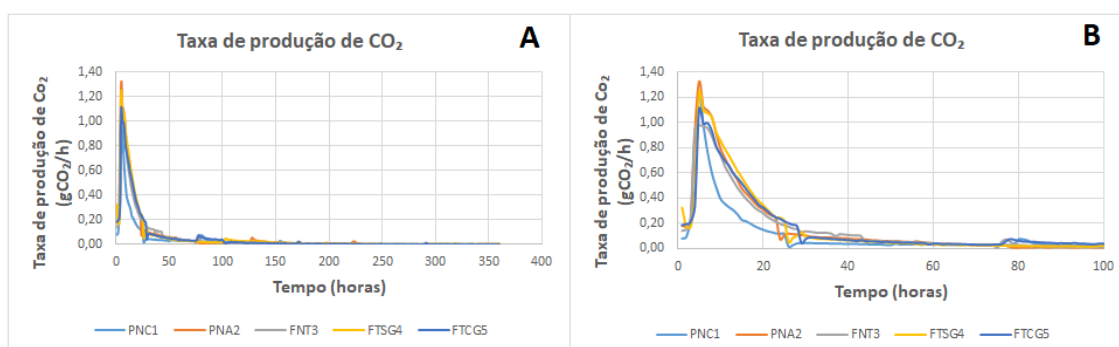


Figura 4.6: Taxa de produção de CO_2 das amostras de PNC1, PNA2, FNT3, FTSG4 e FTSG5, representada durante o período experimental (A), e um corte com dados das taxas de produção das primeiras 100 horas das mesmas amostras (B).

Os dados experimentais de 15 dias (360 horas) deste grupo de amostras (E4 e E5), são representados na figura 4.6, onde é possível analisar a semelhança do comportamento das curvas, que quase formam apenas uma.

Embora pouco visíveis na imagem "A" da figura 4.6, na imagem "B" da mesma é possível distinguir os picos mínimos que representam o revolvimento, e os picos máximos associados a possíveis novas populações de microrganismos. Ainda na imagem "B" da mesma figura reconhece-se que a produção máxima é atingida em menos de 24 horas.

A simulação de 45 dias a partir do modelo matemático Gompertz, com base em dados experimentais de 15 dias, é representada na figura 4.7, ao apresentar a produção acumulada em gramas de CO_2 por grama de peso seco e a biodegradabilidade do grupo de amostras do E4 e E5.

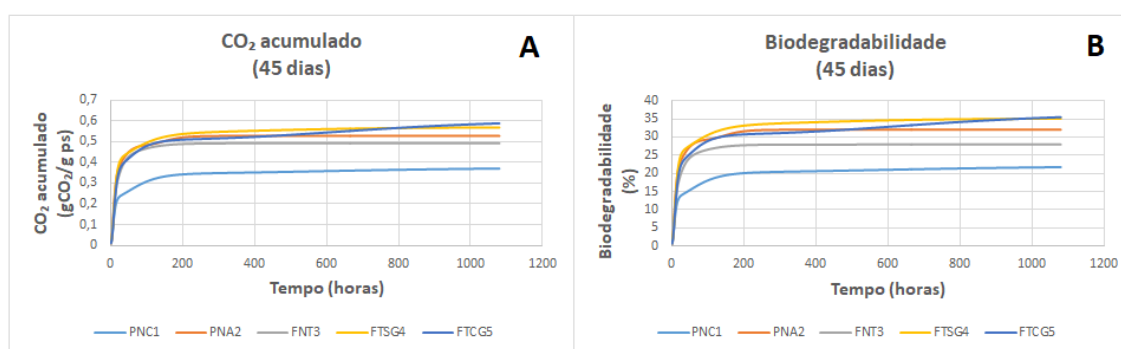


Figura 4.7: Curvas do CO_2 acumulado e da biodegradabilidade do PNC1, PNA2, FNT3, FTSG4 e FTSG5.

O comportamento deste grupo de materiais é parecido e difere muito pouco entre as curvas (figura 4.7), provavelmente pelo facto de serem o mesmo material mas com tratamentos distintos.

É perceptível, ao analisar a figura 4.7 que em relação ao total biodegradado, mais de metade da biodegradação é realizada antes das primeiras 200 horas (cerca de 8 dias), tal como a fase *plateau* que começa a estabelecer-se pouco depois deste mesmo tempo, do qual até ao final há um incremento inferior a 5% para qualquer uma das amostras dos materiais teste.

Respetivamente as substâncias de referência (PNC1 e PNA2), na figura 4.7 é visível que o PNC1, apesar de ser natural, sem tratamento químico e ser considerado biodegradável pelos requisitos da norma NP EN 13432, 2015, este material teste é o que produz menos CO_2 e consequentemente menos biodegradável quando comparado com os outros materiais teste do mesmo grupo. Quanto ao PNA2, a mesma figura (4.7) mostra que a produção de CO_2 desta amostra, apenas é superior que as amostras de feltro no início do ensaio, onde pouco tempo depois a sua produção é superada pela amostra de FTSG4, igualmente visível que entre as horas 200 e 400 a produção de FTSG5 também a supera, e apenas o FNT3 mantém a sua produção de CO_2 inferior a do PNA2 até ao final.

Deste modo, e visto que em nenhuma das amostras dos materiais teste a biodegradabilidade absoluta chega a 90%, neste grupo de amostras também é calculada a biodegradabilidade em relação as substâncias de referência (PNC1 e PNA2), tal como mostra a tabela 4.4.

Tabela 4.4: Biodegradabilidade absoluta dos pêlos e feltros, e biodegradabilidade relativa as substâncias de referência em 15 e 45 dias.

Amostras	ThCO ₂	Dados Experimentais (15 dias)				Dados do Modelo Gompertz (45 dias)			
		CO ₂	Biodegradabilidade (%)			CO ₂	Biodegradabilidade (%)		
		Acumulado	Relativa			Acumulado	Relativa		
		(gCO ₂ /g ps)	Absoluta	PNC1	PNA2	(gCO ₂ /g ps)	Absoluta	PNC1	PNA2
PNC1	1,71	0,34 (± 0,00)	20	-	63	0,37	22	-	69
PNA2	1,65	0,53 (± 0,01)	32	100	-	0,53	32	100	-
FNT3	1,76	0,48 (± 0,03)	27	100	84	0,49	28	100	88
FTSG4	1,62	0,54 (± 0,02)	33	100	100	0,57	35	100	100
FTCG5	1,66	0,51 (± 0,01)	31	100	97	0,59	36	100	100

(desvio padrão)

Ao analisar a tabela 4.4, verifica-se que a biodegradabilidade absoluta em 45 dias não é muito diferente da que acontece em 15 dias, ao aumentar no máximo 5%.

A substância de referência PNC1 de 15 para 45 dias aumenta 2%, de 20% para 22%, a percentagem de biodegradabilidade, ao produzir 0,34 gCO₂/g ps e 0,37 gCO₂/g ps respectivamente. E, o PNA2 não apresenta diferenças entre valores de produção de CO₂ com 0,53 gCO₂/g ps em 15 e 45 dias, que se reflete na biodegradabilidade absoluta de 32%. Portanto, uma vez que os valores de 45 dias são simulados, seria interessante prolongar o ensaio experimental de biodegradabilidade para este grupo de amostras, apesar da fase *plateau* ter-se estabelecido dentro de 15 dias.

O CO₂ acumulado em gramas por grama de peso seco, produzido pelas restantes amostras deste grupo de materiais teste é em 15 dias de 0,48, 0,54 e 0,51 nessa ordem para o FNT3, FTSG4 e FTCG5, como ilustra a tabela 4.4, que correspondem a percentagens de biodegradabilidade de 27%, 33% e 31% respectivamente, onde para 45 dias a percentagem de biodegradabilidade destes aumenta no máximo 5%.

A biodegradabilidade de todos os materiais teste deste grupo de amostras de pêlos e feltros não é mais de 90%. Mas a biodegradabilidade de todas as amostras de feltro e de PNA2 são 100% biodegradáveis quando relacionadas com a substância de referência PNC1.

E, quando relacionadas com a substância de referência [PNA2](#), em 15 dias de dados experimentais, os feltros [FTSG4](#) e [FTCG5](#) atingem biodegradabilidades superiores a 90%, e chegam a 100% em 45 dias de dados simulados. Mas as amostras dos materiais de [PNC1](#) e do [FNT3](#), não chegam a biodegradar 90%, pois em 15 dias apresentam biodegradabilidades de 63% e 84% respectivamente, e em 45 dias, pela mesma ordem, 69% e 88%.

Em termos absolutos de biodegradabilidade, ao contrário do esperado, os feltros com mais tratamentos, ou seja, os dois últimos da etapa do processo de feltragem ([FTSG4](#) e [FTCG5](#)) são mais biodegradáveis que o feltro sem tratamento ([FNT3](#)), apesar das percentagens estarem muito próximas ao variarem 3% entre os resultados das amostras.

Em 15 dias, a amostra da última etapa do processo de feltragem ([FTCG5](#)) mostrou-se menos biodegradável que a amostra da etapa imediatamente anterior ([FTSG4](#)), provavelmente por causa da goma que o [FTCG5](#) leva, com a finalidade de endurecer o feltro. Mas o facto desta diferença ser muito pequena em 15 dias (3%) e não haver diferença ao fim de 45 dias, pode estar relacionado com a preparação das amostras para o ensaio, onde a possível dificuldade que os microrganismos encontrariam para biodegradar o [FTCG5](#) é facilitada porque ao triturar a amostra há provavelmente quebra de moléculas.

4.3 Teste de desintegração

O teste de desintegração é realizado em um único ensaio com todos os materiais teste. Este teste é complementar a presente dissertação e baseia-se na norma ISO 20200, [2004](#), com o objetivo de avaliar visualmente e por diferença de peso as alterações físicas dos materiais.

A preparação das misturas (inóculo + material teste) está representada na tabela [II.3](#) do anexo II, onde também se pode verificar que a redução de peso total dos reatores com as misturas, no final do ensaio em relação ao início é semelhante para todas as amostras, com diferenças máximas de 2%. E, pelos resultados dos graus de desintegração (tabela [4.5](#)) não há relação direta entre estes e a redução de peso seco.

A tabela [4.5](#) apresenta os resultados do ensaio de desintegração dos materiais teste, ao representar o material recuperado da fração superior a 2 mm com respetivo grau de desintegração.

Tabela 4.5: Grau de desintegração dos materiais teste.

Amostra	Material teste			Grau de desintegração (%)
	Peso inicial (g ps)	Recuperado (>2 mm) (g ps)	Média (g) (desvio padrão)	
ALG 1	10,08	8,73	10,19 ($\pm 1,04$)	13
ALG 1	10,03	10,84		0
ALG 1	10,00	11,01		0
ALG 2	10,02	6,31	5,93 ($\pm 0,81$)	37
ALG 2	10,08	4,81		52
ALG 2	10,08	6,68		34
LA 1	10,00	6,78	6,74 ($\pm 0,28$)	32
LA 1	10,00	6,37		36
LA 1	10,02	7,06		30
LA 2	10,00	8,87	7,35 ($\pm 1,79$)	11
LA 2	10,00	8,34		17
LA 2	10,01	4,84		52
PNC 1	10,02	5,97	6,00 ($\pm 0,28$)	40
PNC 1	10,04	6,36		37
PNC 1	10,04	5,68		43
PNA 2	10,00	4,08	3,80 ($\pm 0,33$)	59
PNA 2	10,00	3,99		60
PNA 2	10,03	3,34		67
FNT 3	10,06	4,61	4,54 ($\pm 0,14$)	54
FNT 3	10,14	4,34		57
FNT 3	10,17	4,66		54
FTSG 4	10,40	5,01	5,00 ($\pm 0,22$)	52
FTSG 4	10,34	4,73		54
FTSG 4	10,31	5,26		49
FTCG 5	10,41	5,29	5,11 ($\pm 0,23$)	49
FTCG 5	10,14	5,26		48
FTCG 5	10,30	4,79		53

Os valores do grau de desintegração do algodão e lã são muito heterogêneos dentro do mesmo grupo de amostras, o que impede de realizar médias entre reatores/caixas com o mesmo tipo de material. E, em dois reatores com ALG1 é recuperado mais material do que aquele que é colocado inicialmente. Na prática, o motivo destes fatores (elevada heterogeneidade dos dados e mais material recuperado no fim) consiste na dificuldade que existe em separar completamente o inóculo agarrado ao material recuperado, como é possível ver nas figuras 4.8 e 4.9.

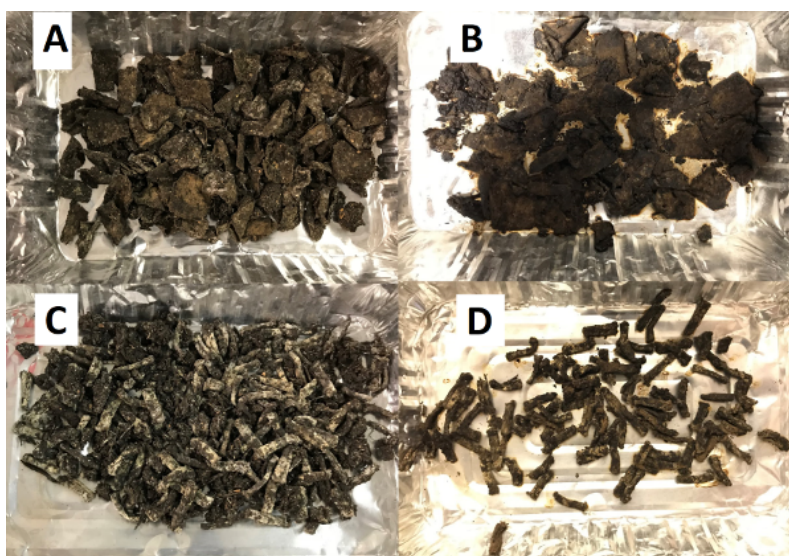


Figura 4.8: Amostras recuperadas da fração superior a 2 mm do ensaio de desintegração antes da limpeza de ALG1 (A) e ALG2 (C), e depois da limpeza de ALG1 (B) e ALG2 (D).

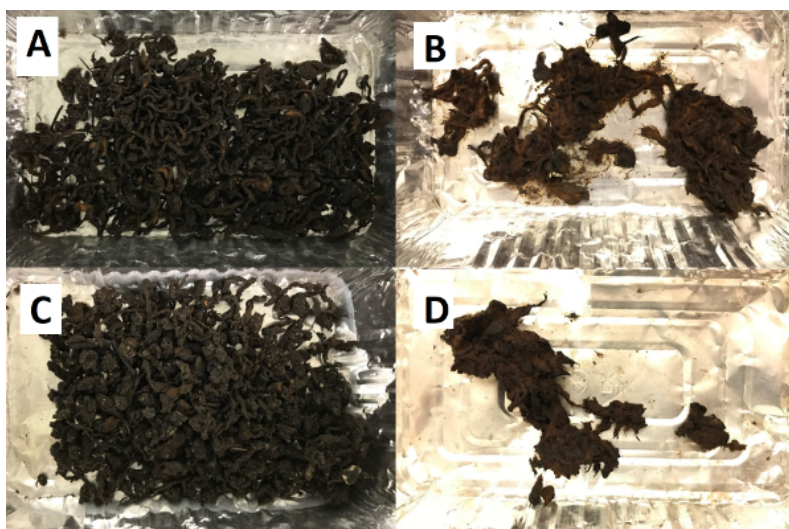


Figura 4.9: Amostras recuperadas da fração superior a 2 mm do ensaio de desintegração antes da limpeza de LA1 (A) e LA2 (C), e depois da limpeza de LA1 (B) e LA2 (D).

Após secagem do conteúdo dos reatores até peso constante, para posterior crivagem, a limpeza/lavagem do material deve ser muito cuidada para não haver perdas, pois as amostras de algodão e lã depois do ensaio encontram-se muito sensíveis, fáceis de quebrar e de se desfazerem. Em suma, os graus de desintegração para as amostras de algodão (ALG1 e ALG2) e lã (LA1 e LA2) são inconclusivos.

Por outro lado, as amostras de pêlo e feltro apresentam resultados mais homogêneos entre reatores com o mesmo material teste. Ao contrário das amostras de algodão e lã, o pêlo e feltro recuperados no fim do ensaio são mais fáceis de limpar/lavar sem perdas significativas, figuras 4.10 e 4.11. Deste modo, a homogeneidade dos dados obtidos

deste grupo de amostras reflete melhores resultados de desintegração, com médias para o PNC1, PNA2, FNT3, FTSG4 e FTSG5 de 40%, 62%, 55%, 52% e 50% respectivamente.

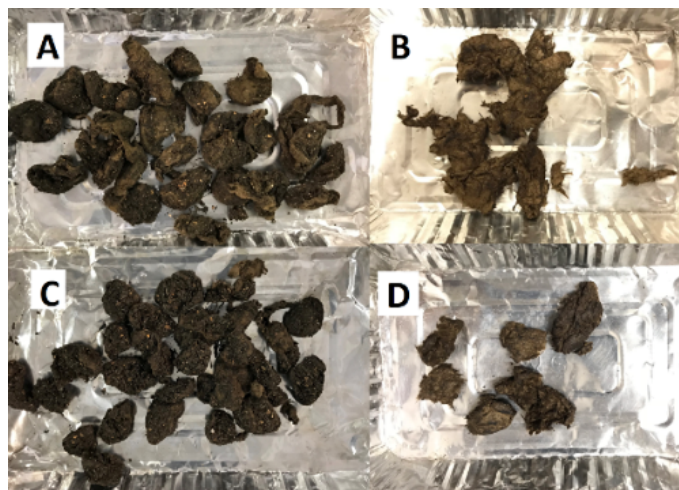


Figura 4.10: Amostras recuperadas da fração superior a 2 mm do ensaio de desintegração antes da limpeza de PNC1 (A) e PNA2 (C), e depois da limpeza de PNC1 (B) e PNA2 (D).

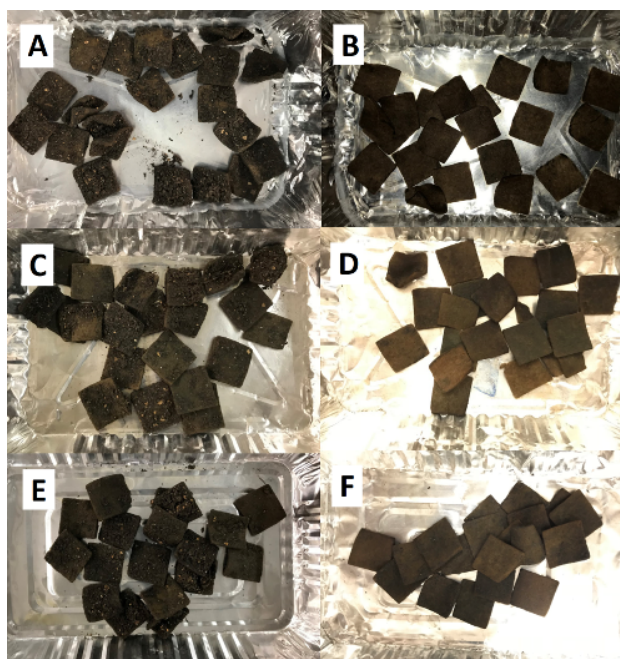


Figura 4.11: Amostras recuperadas da fração superior a 2 mm do ensaio de desintegração antes da limpeza de FNT3 (A), FTSG4 (C) e FTSG5 (E), e depois da limpeza de FNT3 (B), FTSG4 (D) e FTSG5 (F).

Curiosamente, os resultados deste teste para o grupo de amostras de pêlo e feltro, estão de acordo com o esperado, no que respeita a distinguir a amostra com mais e menos potencial para desintegrar, e que de alguma forma os resultados se encontram relacionados com os do teste de biodegradabilidade das amostras deste mesmo grupo (4.2.2), uma vez que:

- Entre as amostras de pêlo, o **PNA2** mostra-se mais suscetível ao ataque de microrganismos do que o **PNC1**, ao apresentar o grau de desintegração maior, e tal como para o teste de biodegradabilidade, o motivo está no tratamento que este leva para posterior fase de fabricação do feltro;
- Ao contrário do resultado do teste de biodegradabilidade, o teste de desintegração mostra que a medida que o processo de fabrico do feltro avança, o potencial de desintegração diminui. Apesar da diferença entre resultados ser pequena.

4.4 Teste de fitotoxicidade

Este ensaio tem como base o teste de germinação e crescimento proposto pela norma EN 16086-1, 2011, e é realizado com o material (inóculo + amostra) que sai do teste de biodegradabilidade, com o intuito de verificar possíveis efeitos fitotóxicos dos compostos em espécies vegetais sensíveis.

Para este ensaio são testados cinco vasos de turfa que representam o branco ou controlo do teste, cinco vasos de inóculo e quatro vasos para cada material, misturados com turfa (na proporção de 50:50 em volume/volume).

Na figura 4.12 é possível observar o desenvolvimento deste teste ao longo das semanas.



Figura 4.12: Evolução do ensaio do teste de germinação ao longo do tempo. (Tempo zero - S0; primeira semana - S1; segunda semana - S2; quarta semana - S4; e quinta e última semana - S5).

Os resultados deste teste encontram-se na tabela 4.6, ao apresentar a média da taxa de germinação ($Ge\%$), inibição de germinação ($IGe\%$) e inibição de crescimento ($ICr\%$). E, na tabela II.4 do anexo II é possível ver os resultados individuais dos vasos do ensaio, referentes ao número de plantas ou sementes germinadas, o peso total de cada planta germinada e a taxa de germinação de cada vaso.

Tabela 4.6: Índices médios da taxa de germinação, inibição de germinação e inibição de crescimento.

Amostra	Germinação		Crescimento	
	Ge (%)	IGe (%)	mPP (g)	ICr (%)
Turfa (Controlo)	100	-	2,20	-
Inóculo	55	45	1,47	33
ALG 1	64	36	0,38	83
ALG 2	66	34	0,43	81
LA 1	45	55	2,37	0
LA 2	43	57	1,56	29
PNC 1	70	30	1,95	11
PNA 2	34	66	1,22	44
FNT 3	54	46	1,76	20
FTSG 4	54	46	1,46	34
FTCG 5	66	34	1,81	18

Dos cinco vasos de turfa em teste no ensaio, são considerados três, porque dois não cumprem o requisito do controlo, que segundo a norma EN 16086-1, 2011 devem ter uma taxa de germinação superior a 85% passados cinco dias.

Na tabela 4.6, verifica-se que a taxa de germinação das amostras é muito baixa, com exceção do controlo e PNC1, o que se reflete nos elevados valores de inibição de germinação e crescimento. Quando os valores de inibição de germinação e inibição de crescimento, calculados em relação ao controlo, apresentam valores superiores a 10% e 50% respetivamente, podem traduzir-se em efeitos negativos significativos no crescimento das plantas (CCME, 1996; Silveira e Correia, 2017).

Ao analisar os resultados obtidos, todos os valores de inibição de germinação das amostras são superiores a 10% e sobre a inibição de crescimento, apenas as amostras de algodão (ALG1 e ALG2) excedem os 50%.

Contudo, não se pode de todo concluir que os materiais em estudo nesta dissertação levem o composto a apresentar efeitos fitotóxicos, dado que os resultados entre réplicas são muito heterogêneos e a quantidade de material proveniente do teste de biodegradabilidade não é suficiente para a reprodutibilidade desejada. De igual relevância, é importante relembrar que as misturas das amostras permanecem apenas 15 dias no teste de biodegradabilidade, apesar de simulados para 45 dias, onde os materiais não são totalmente biodegradados, o que os deixa ainda visíveis nas misturas submetidas ao teste de fitotoxicidade.

Deste modo, em consequência do pouco tempo de biodegradação e do material encontrar-se visível no composto, a caracterização da qualidade do composto torna-se inconclusiva. Porém, o composto resultante do material que sai do teste de biodegradabilidade, para além do teste de fitotoxicidade, também é submetido a análises de parâmetros como os sólidos totais, pH, condutividade elétrica e metais pesados, visíveis na tabela ??.

Tabela 4.7: Caracterização físico-química do composto resultante dos ensaios de biodegradabilidade.

Amostra/Misturas (no fim dos ensaios)	ST (%)	pH	CE a 25°C (μ S/cm)	Análise de metais pesados (mg/kg ps)					
				Cd	Cr	Cu	Ni	Pb	Zn
Inóculo	63	8,8	4837	nd	60	265	22	26	148
Inóculo + ALG 1	57	8,9	4757	nd	55	41	20	25	131
Inóculo + ALG 2	52	9,4	3014	nd	65	34	26	25	121
Inóculo + LA 1	51	8,8	3568	nd	70	36	23	27	118
Inóculo + LA 2	55	8,8	4293	nd	56	35	21	29	129
Inóculo + PNC 1	61	8,3	3594	nd	53	38	21	26	175
Inóculo + PNA 2	65	8,1	4943	nd	49	38	18	27	179
Inóculo + FNT 3	66	8,1	4458	nd	47	42	17	27	141
Inóculo + FTSG 4	49	8,1	4175	nd	54	45	21	33	131
Inóculo + FTCG 5	50	8,2	4304	nd	48	47	17	36	142

nd - não detetado

Os resultados da caracterização final do composto (misturas) demonstram que os sólidos totais de todos os ensaios apresentam valores muito perto dos 50%. Mas os valores deste parâmetro ao serem mais baixos, como o caso do composto resultante das misturas "Inóculo + FTSG4" e "Inóculo + FTCG5", revelam que é concretizado revolvimento pouco tempo antes do ensaio ser desmontado.

No que respeita a valores de pH, este deve encontra-se entre 5,5 e 9 segundo o Decreto-Lei N.103/2015 (2015). E, todos os materiais teste encontram-se dentro do intervalo de pH, com exceção do ALG2 que apresenta um valor de pH fora deste intervalo, com 9,4.

Para a condutividade elétrica os valores são muito semelhante entre as amostras de composto, ao situarem-se na mesma ordem de grandeza.

Os teores de metais pesados de todas as amostras, encontram-se a baixo dos valores máximos admissíveis, considerados pelo Decreto-Lei N.103/2015, 2015, com exceção do inóculo que tem 265,041 mg/kg ps de cobre.

Assim, de acordo com o Decreto-Lei N.103/2015, [2015](#), com os dados conseguidos neste estudo, os compostos resultantes podem ser classificados como classe I e II, e serem aplicados genericamente na agricultura, com exceção da amostra unicamente com inóculo, devido ao elevado valor de cobre.

CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS

O estudo da presente dissertação adota a norma NP EN 13432, 2015 como base, e apesar desta ser específica para embalagens, demonstra ser sólida para outros materiais, como os do presente estudo.

A curta duração de 15 dias para a maior parte dos ensaios, mostra ser suficiente para o estudo, dado que a fase *plateau* estabelece-se dentro deste período, e deste modo ser possível aplicar o modelo matemático Gompertz para simular períodos mais longos.

O modelo matemático revela ser adequado ao ajustar-se aos dados experimentais do ensaio que se estende propositadamente à 41 dias.

Relativamente ao estudo da biodegradabilidade, os resultados experimentais e simulados, demonstram que nenhum dos materiais teste é biodegradável de forma inerente e última, de acordo com a norma de base, ao apresentarem biodegradabilidade inferior a 90%, mais concretamente de 20%, 13%, 28%, 35% e 36%, respetivamente para o algodão, lã, feltro não tingido, feltro tingido sem goma e feltro tingido com goma.

Mas a mesma norma, indica que materiais com constituintes de origem natural sem modificações químicas são aceites como biodegradáveis sem serem necessários testes, e que a biodegradabilidade dos materiais teste deve ser pelo menos 90% ou 90% do máximo de biodegradabilidade de uma substância de referência adequada, desde que seja alcançada a fase *plateau* em ambos (material teste e substância de referência).

Assim sendo, em relação às substâncias de referência (matéria-prima ou material cru) todas as amostras dos materiais teste são 100% biodegradáveis, com exceção do feltro não

tingido com 88%.

Sobre o teste de desintegração, as amostras de algodão e lã expressam resultados inconclusivos, devido a impossibilidade de separar totalmente ou grande parte do inóculo das amostras, e deste modo afetar a pesagem final do material recuperado da fração superior a 2 mm. Para as amostra de pêlo e feltro, os resultados são mais otimistas, ao não encontrar de todo a dificuldade anterior no processo de limpeza, embora contenham algum inóculo residual agarrado na pesagem final. Assim sendo, os resultados permitem concluir que a facilidade de desintegração deste último grupo é maior nos materiais de início do processo de fabrico de feltro, e a dificuldade aumenta a cada etapa em direção ao fim, com exceção da matéria-prima (material sem tratamento, [PNC1](#)) que apresenta o valor mais baixo. Em suma, este grupo apresenta como resultados de média do grau de desintegração 40% ([PNC1](#)), 62% ([PNA2](#)), 55% ([FNT3](#)), 52% ([FTSG4](#)) e 50% ([FTCG5](#)).

De forma geral, o teste de fitotoxicidade apresenta resultados inconclusivos, dada a heterogeneidade de resultados entre grupos com a mesma amostra, e a pouca reprodutibilidade devido a quantidade limitada de material proveniente do teste de biodegradabilidade.

Mas ao analisar o teor em metais pesados dos compostos/misturas resultantes do teste de biodegradabilidade, este revela que a partida, os materiais em teste não provocam efeitos negativos ao composto, uma vez que os valores de teor em metais pesados encontram-se todos abaixo dos máximos admissíveis, considerados pelo documento de Especificações Técnicas sobre Qualidade e Utilizações do Composto. Deste modo, estes compostos podem ser considerados de classe I, e aplicados genericamente na agricultura.

Para trabalhos futuros e de modo a otimizar o estudo de biodegradabilidade de materiais à escala laboratorial, propõe-se:

- No estudo da biodegradabilidade de têxteis, analisar a influência da cor, e para tecidos-não-tecidos como o feltro analisar também a influência da goma;
- Complementar com estudos à escala real, para posterior comparação, dado que à escala real, apesar das condições igualmente controladas, o ambiente é muito mais agressivo, e uma vez que os materiais têxteis em estudo na presente dissertação mostram grande potencial para continuar a biodegradar;
- No teste de desintegração à escala laboratorial, adicionar três reatores apenas com inóculo, sem material teste, para verificar a diferença de peso dos reatores, e certificar o peso perdido apenas pelo material teste;
- No teste de desintegração, melhorar o método de limpeza do material teste recuperado, para evitar que o peso do inóculo agarrado ao material teste, influencie no resultado final;

-
- Ainda no teste de desintegração, adicionar um reator para cada material teste, onde em determinados intervalos de tempo, recolher uma amostra de cada material, para posterior observação em microscópio, e deste modo melhor visualizar as alterações das amostras ao longo do tempo;
 - No teste de fitotoxicidade, ter o numero de repetições suficiente, para evitar resultados inconclusivos, dado a heterogeneidade dos resultados.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AEA (2008). *Resíduos e recursos materiais*. Rel. téc. Agência Europeia do Ambiente. URL: <https://www.eea.europa.eu/pt/themes/waste/about-waste-and-material-resources>.
- AEA (2014). *Resíduos : um problema ou um recurso?* Rel. téc. Agência Europeia do Ambiente. URL: <https://www.eea.europa.eu/pt/sinais-da-aea/sinais-2014/artigos/residuos-um-problema-ou-um-recurso>.
- APA (2016). *Relatório do Estado do Ambiente Portugal 2016*. Rel. téc. Agência Portuguesa do Ambiente.
- APA (2017). *Relatório do estado do ambiente Portugal 2017*. Rel. téc. Agência Portuguesa do Ambiente. URL: <https://rea.apambiente.pt/>.
- Associação Empresarial de Portugal (2011). *Manual de Produção + Limpa da Indústria Têxtil*. Associação Empresarial de Portugal. ISBN: 978-972-8702-64-9.
- ASTM D 5338 (1998). “Standard test method for determining aerobic biodegradation of plastic materials under controlled composting conditions”. Em:
- ASTM D 6002 (1996). “Standard guide for assessing the compostability of environmentally degradable plastics”. Em:
- ASTM D 6400 (1999). “Standard specification for compostable plastics”. Em:
- Baptista, M. H.d. C. (2009). “Modelling of the Kinetics of Municipal Solid Waste Composting in Full-Scale Mechanical-Biological Treatment Plants”. Tese de Doutoramento. Universidade Nova de Lisboa, p. 202. URL: http://run.unl.pt/bitstream/10362/5908/1/Baptista{_}2009.pdf.
- Bento, A. J. F. (2013). “Sistema Integrado de Gestão de Resíduos de Vestuário Usado para Portugal: SIGVETU”. Tese de Mestrado. Instituto Superior de Gestão.
- Beton, A., D. Dias, L. Farrant, T. Gibon e Y. Le Guern (2014). *Environmental improvement potential of textiles*. ISBN: 9789279345548.
- Binici, H., R. Gemci, O. Aksogan e H. Kaplan (2010). “Insulation properties of bricks made with cotton and textile ash wastes”. Em: *Int. J. Mater. Res.* 101.7, pp. 894–899. DOI: [10.3139/146.110348](https://doi.org/10.3139/146.110348).
- Castro-Aguirre, E., R. Auras, S. Selke, M. Rubino e T. Marsh (2017). “Insights on the aerobic biodegradation of polymers by analysis of evolved carbon dioxide in simulated composting conditions”. Em: *Polym. Degrad. Stab.* 137, pp. 251–271. DOI: [10.1016/j.polymdegradstab.2017.01.017](https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2017.01.017).

- CCME (1996). *Guidelines for compost quality*. Rel. téc. Canadian Council of Ministers of the Environment.
- CENIT (2017). *Têxtil e Vestuário no Contexto Nacional e Internacional*. Rel. téc. Centro de Inteligência Têxtil.
- Claudio, L. (2007). “Waste Couture: Environmental Impact of the Clothing Industry”. Em: *Env. Heal. Perspect* 115(9):Sept 2007, A449–A454.
- Comissão Europeia (2011a). *Estratégia de Prevenção e Reciclagem dos Resíduos*. Rel. téc. URL: <http://eur-lex.europa.eu/legal-content/PT/TXT/PDF/?uri=CELEX:52011DC0013&from=EN>.
- Comissão Europeia (2011b). *Regras e métodos de cálculo para verificar o cumprimento dos objectivos estabelecidos no artigo 11.º, n.º2, da Directiva 2008/98/CE do Parlamento Europeu e do Conselho*. Rel. téc. 2.
- Cook, J. G. (1984). “Natural fibres of animal origin”. Em: *Handb. Text. fibre*. Fifth Edit. 4, pp. 79–165. ISBN: 13: 978-1-85573-484-5.
- Crean, J. F. (1962). “Hats and the Fur Trade”. Em: *Can. J. Econ. Polit. Sci. Can. Econ. Sci. Polit.* 28.3, pp. 373–386. DOI: [10.1017/S0315489000004242](https://doi.org/10.1017/S0315489000004242).
- Decreto-Lei N.103/2015 (2015). “Ministério Da Economia”. Em: pp. 3756–3788.
- Decreto-Lei nº 187-A/2014 de 17 de Setembro (2014). “Aprovação do Plano Estratégico para os Resíduos Sólidos Urbanos (PERSU 2020), para Portugal continental”. Em: *Diário da República* 179, pp. 1–86.
- Decreto-Lei nº 239/1997 de 9 de Setembro (1997). “Estabelecimento das regras a que fica sujeita a gestão de resíduos”. Em: *Diário da República* 208, pp. 4775–4780.
- DIN 54900-4 (1997). “Testing of compostability of polymeric materials – Part 4: Testing of ecotoxicity of composts”. Em:
- DIN V 54900-1 (1998). “Testing of compostability of plastic - Part 1: Chemical testing”. Em:
- DIN V 54900-2 (1998). “Testing of compostability of plastic - Part 2: Testing of the complete biodegradability of plastics in laboratory tests”. Em:
- DIN V 54900-3 (1998). “Testing of compostability of plastic - Part 3: Testing under practice-relevant conditions and a method of testing the quality of the composts”. Em:
- EN 16086-1 (2011). “Soil improvers and growing media- Determination of plant response- Part 1: Pot growth test with Chinese cabbage”. Em: pp. 1–25.
- Eurostat (2017). *477 kg of municipal waste generated per person in the EU*. URL: <http://ec.europa.eu/eurostat/web/products-eurostat-news/-/DDN-20170130-1> (acedido em 10/01/2018).
- Haug, R. T. (1993). *The Practical Handbook of Compost Engineering*. ISBN: 0-87371-373-7.
- ISO 14855-1 (2005). “Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials under controlled composting conditions - Method by analysis of evolved carbon dioxide Part 1: General method”. Em: *Int. Stand.*

- ISO 20200 (2004). "Plastics — Determination of the degree of disintegration of plastic materials under simulated composting conditions in a laboratory-scale test". Em: *Int. Stand.*
- Jeihanipour, A. e M. J. Taherzadeh (2009). "Ethanol production from cotton-based waste textiles". Em: *Bioresour. Technol.* 100.2, pp. 1007–1010. DOI: [10.1016/j.biortech.2008.07.020](https://doi.org/10.1016/j.biortech.2008.07.020).
- Jouhara, H., D. Czajczyńska, H. Ghazal, R. Krzyżyńska, L. Anguilano, A. J. Reynolds e N. Spencer (2017). "Municipal waste management systems for domestic use". Em: *Energy* 139, pp. 485–506. DOI: [10.1016/j.energy.2017.07.162](https://doi.org/10.1016/j.energy.2017.07.162).
- Lipor (2018). *A Estratégia de Recolha Seletiva da Fração Biodegradável - Lipor*. URL: <https://www.lipor.pt/pt/residuos-urbanos/valorizacao-organica/> (acedido em 09/04/2018).
- Lopes, P. N. D. (2013). "Desenvolvimento de metodologia para a avaliação da compostabilidade do couro - Contributo para estabelecimento de norma técnica". Tese de Mestrado. FCT-UNL. URL: <http://run.unl.pt/handle/10362/11075>.
- Marçal, A., A. R. Teixeira, F. Silva e M. Machado (2017). *PERSU 2020 Relatório de Avaliação*. Rel. téc. Agência Portuguesa do Ambiente.
- Martinho, M. d. G., M. G. Gonçalves e A. Silveira (2011). *Gestão Integrada de Resíduos*.
- Matsinhe, C. D. C. (2011). "Studies on the influence of organic waste biodegradability in the composting process". Tese de Mestrado. Universidade de Coimbra, pp. 1–107.
- Nakasaki, K., K. Nag e S. Karita (2005). "Microbial succession associated with organic matter decomposition during thermophilic composting of organic waste". Em: *Waste Manag. Res.* 23.1, pp. 48–56. DOI: [10.1177/0734242X05049771](https://doi.org/10.1177/0734242X05049771).
- NP EN 13432 (2015). "Embalagem Requisitos para embalagens valorizáveis por compostagem e biodegradação Programa de ensaios e critérios de avaliação para a aceitação final das embalagens". Em: *Norma Portuguesa*, pp. 1–28.
- Nunes, L. J., R. Godina, J. C. Matias e J. P. Catalão (2018). "Economic and environmental benefits of using textile waste for the production of thermal energy". Em: *J. Clean. Prod.* 171, pp. 1353–1360. DOI: [10.1016/j.jclepro.2017.10.154](https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.10.154).
- OECD (2006). *Test No. 208: Terrestrial Plant Test: Seedling Emergence and Seedling Growth Test*. OECD Guidelines for the Testing of Chemicals, Section 2. Paris: OECD Publishing. ISBN: 9789264070066. DOI: [10.1787/9789264070066-en](https://doi.org/10.1787/9789264070066-en).
- Pagga, U, D. B. Beimbom, J. Boelens e B. D. Wilde (1995). "Determination of The Aerobic Biodegradability of Polymeric Material in a Laboratory Controlled Composting Test". Em: *Chemosphere* 31.11/12, pp. 4475–4487.
- Pagga, U. (1997). "Testing biodegradability with standardized methods". Em: *Chemosphere* 35.12, pp. 2953–2972.
- Pagga, U. (1998). "Biodegradability and compostability of polymeric materials in the context of the European packaging regulation". Em: *Polym. Degrad. Stab.* 59.1-3, pp. 371–376. DOI: [10.1016/S0141-3910\(97\)00192-4](https://doi.org/10.1016/S0141-3910(97)00192-4).

- Pensupa, N., S.-Y. Leu, Y. Hu, C. Du, H. Liu, H. Jing, H. Wang e C. S. K. Lin (2017). “Recent Trends in Sustainable Textile Waste Recycling Methods: Current Situation and Future Prospects”. Em: *Top. Curr. Chem.* 375.5, p. 76. DOI: [10.1007/s41061-017-0165-0](https://doi.org/10.1007/s41061-017-0165-0).
- Ramamoorthy, S. K., M. Skrifvars e A. Persson (2015). “A review of natural fibers used in biocomposites: Plant, animal and regenerated cellulose fibers”. Em: *Polym. Rev.* 55.1, pp. 107–162. DOI: [10.1080/15583724.2014.971124](https://doi.org/10.1080/15583724.2014.971124).
- Reis, M. M. F. (1997). “Compostagem e caracterização de resíduos vegetais para utilização como substratos hortícolas”. Tese de Doutorado. Universidade do Algarve.
- Ryu, C., A. N. Phan, V. N. Sharifi e J. Swithenbank (2007). “Combustion of textile residues in a packed bed”. Em: *Exp. Therm. Fluid Sci.* 31.8, pp. 887–895. DOI: [10.1016/j.expthermflusci.2006.09.004](https://doi.org/10.1016/j.expthermflusci.2006.09.004).
- Santos Oliveira, J. (1983). *Operações e processos fundamentais em engenharia sanitária: fundamentos de depuração biológica*. 1ª Edição. Universidade Nova de Lisboa, p. 256.
- Shui, S. e A. Plastina (2011). *World Fiber Consumption 2004 - 2008*. Rel. téc. Food, Agriculture Organization of the United Nations (FAO) e Internacional Cotton Advisory Committee (ICAC), p. 11.
- Silveira, A. (1999). “Contribuição para o desenvolvimento de modelo cinético de compostagem”. Tese de Doutorado. FCT-UNL.
- Silveira, A. e M. J. Correia (2017). *Protocolo de aula laboratorial da unidade curricular de Sistemas de Tratamento de Resíduos: Ensaio de germinação e crescimento com comosto*.
- Song, J. H., R. J. Murphy, R. Narayan e G. B. H. Davies (2009). “Biodegradable and compostable alternatives to conventional plastics”. Em: *Philos. Trans. R. Soc. B Biol. Sci.* 364.1526, pp. 2127–2139. DOI: [10.1098/rstb.2008.0289](https://doi.org/10.1098/rstb.2008.0289).
- Suler, D. J. e M. S. Finstein (1977). “Effect of Temperature , Aeration , and Moisture on CO₂ Formation in Bench-Scale , Continuously Thermophilic Composting of Solid Waste”. Em: *Appl. Environmental Microbiol.* 33.2, pp. 345–350.
- Szostak-Kotowa, J. (2004). “Biodeterioration of textiles”. Em: *Int. Biodeterior. Biodegrad.* 53.3, pp. 165–170. DOI: [10.1016/S0964-8305\(03\)00090-8](https://doi.org/10.1016/S0964-8305(03)00090-8).
- Tchobanoglous, G. e F. Kreith (2002). *Handbook of Solid Waste Management*. Second. Vol. 13. 6, p. 950. ISBN: 0071500340. DOI: [10.1036/0071356231](https://doi.org/10.1036/0071356231).
- Tojo, N., B. Kogg, N. Kiørboe, B. Kjær e K. Aalto (2012). *Prevention of Textile Waste*, p. 124. ISBN: 9789289323857.
- Tridico, S. R. (2009). “Natural animal textile fibres: Structure, characteristics and identification”. Em: *Identif. Text. Fibers*. Woodhead Publishing Limited, pp. 27–67. DOI: [10.1533/9781845695651.1.27](https://doi.org/10.1533/9781845695651.1.27).
- Vaccaro, J. (2010). “Felt matters”. Em: *Women Perform.* 20.3, pp. 253–266. ISSN: 0740770X. DOI: [10.1080/0740770X.2010.529245](https://doi.org/10.1080/0740770X.2010.529245).
- Wang, Y. (2010). “Fiber and textile waste Utilization”. Em: *Waste and Biomass Valorization* 1.1, pp. 135–143. DOI: [10.1007/s12649-009-9005-y](https://doi.org/10.1007/s12649-009-9005-y).

- Weber, M. (2001). *Global review of biodegradable plastics testing and standards Comparison of standards for assessing compostability*. Rel. téc. URL: <http://www.co2-sachverstaendiger.de/pdf/LectureBiodegradablePlasticsConference26.10.2001.pdf>.
- WHO (2014). *Dioxins and their effects on human health*. URL: <http://www.who.int/mediacentre/factsheets/fs225/en/> (acedido em 12/02/2018).
- Wu, L., L. Q. Ma e G. A. Martinez (2000). "Comparison of Methods for Evaluating Stability and Maturity of Biosolids Compost". Em: *J. Environ. Qual.* 29.2, p. 424. DOI: 10.2134/jeq2000.00472425002900020008x.

OUTROS MÉTODOS DE CÁLCULO

A percentagem de humidade (H (%)) das amostras é determinada pela equação [I.1](#).

$$H(\%) = \frac{PH - PS_{105^0C}}{PH} \times 100\% \quad (\text{I.1})$$

Onde:

- PH é o peso húmido ou total da amostra;
- PS_{105^0C} é o peso seco da amostra após ter sido seca a 105^0C em estufa.

O teor de sólidos voláteis (SV (%)) é determinado pela equação ([I.2](#)).

$$SV(\%) = \frac{PS_{105^0C} - PS_{550^0C}}{PS_{105^0C}} \times 100\% \quad (\text{I.2})$$

Onde:

- PS_{105^0C} é o peso da amostra após ter sido seca a 105^0C em estufa;
- PS_{550^0C} é o peso das cinzas depois da mesma amostra ter sido colocada na mufla a 550^0C .

E a razão C/N é determinada ao dividir a percentagem de carbono orgânico total pela percentagem de azoto constituinte na amostra, determinados a partir da análise elementar.

PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DAS MISTURAS DOS ENSAIOS

II.1 Misturas dos ensaios do teste de biodegradabilidade

Tabela II.1: Caracterização e preparação das misturas para os ensaios E1, E2 e E3 do teste de biodegradabilidade.

Ensaio	Amostra	Humidade %	Quantidade por reator		pH	CE a 25°C μ S/cm	SV %
			g (ps)	g (tal e qual)			
E1	Inóculo	30	175	350	8,3	4192	54,3
	Amido	13	35	40	5,2	356	99,7
	Inóculo + Amido	49	210	350	6,9	4243	66,9
E2	Inóculo	30	175	249	8,3	4192	54,3
	Alg1	5	35	37	6,5	384	98,5
	Inóculo + ALG1	49	210	350	7,5	4358	64,6
E3	Inóculo	30	175	249	8,3	4192	54,3
	ALG2	4	35	36	7,5	358	98,6
	LA1	6	35	37	2,8	498	99,7
	LA2	5	35	37	3,3	281	99,9
	Inóculo + ALG2	52	210	350	9,0	3021	61,8
	Inóculo + LA1	52	210	350	8,8	3233	59,9
	Inóculo + LA2	51	210	350	8,9	3105	65,4

ANEXO II. PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DAS MISTURAS DOS ENSAIOS

Tabela II.2: Caracterização e preparação das misturas para os ensaios E4 e E5 do teste de biodegradabilidade.

Ensaio	Amostra	Humidade %	Quantidade por reator		pH	CE a 25°C μ S/cm	SV %
			g (ps)	g (tal e qual)			
E4	Inóculo	30	175	251	8,3	4192	54,3
	PNC1	6	35	37	5,4	493	98,1
	PNA2	5	35	37	2,8	1458	98,6
	FNT3	6	35	38	3,0	454	99,8
	Inóculo + PNC1	50	210	350	7,6	4146	63,1
	Inóculo + PNA2	50	210	350	7,2	3877	61,4
	Inóculo + FNT3	51	210	350	8,0	3605	61,2
E5	Inóculo	30	175	248	8,3	4192	54,3
	FTSG4	6	35	37	3,2	316	99,7
	FTCG5	5	35	37	3,4	296	99,4
	Inóculo + FTSG4	51	210	350	7,4	3033	63,6
	Inóculo + FTCG5	51	210	350	7,7	2796	67,9

II.2 Misturas do ensaio do teste de desintegração

Tabela II.3: Preparação das misturas do ensaio do teste de desintegração e redução do peso total das misturas dos reatores.

Mistura	Tempo inicial		Tempo final		Redução de peso			
	Peso t.q.	Peso seco	Peso t.q.	Peso seco	Por reator		Média de redução	
	(g)	(g ps)	(g)	(g ps)	(g ps)	%	(g ps)	%
I + ALG1	1048	460	574	380	80	17	79	17
I + ALG1	1052	460	629	383	77	17		
I + ALG1	1051	460	669	380	80	17		
I + ALG2	1015	460	597	385	75	16	77	17
I + ALG2	1036	460	574	381	79	17		
I + ALG2	1030	460	596	382	78	17		
I + LA1	1051	460	569	389	72	16	72	16
I + LA1	1030	460	559	387	73	16		
I + LA1	1038	460	589	389	71	15		
I + LA2	1072	460	638	388	72	16	74	16
I + LA2	1124	460	626	387	73	16		
I + LA2	1102	460	659	382	78	17		
I + PNC1	1072	460	586	383	77	17	74	16
I + PNC1	1076	460	629	385	75	16		
I + PNC1	1065	460	544	390	70	15		
I + PNA2	1068	460	631	388	72	16	70	15
I + PNA2	1065	460	571	389	71	15		
I + PNA2	1069	460	588	392	68	15		
I + FNT3	1049	460	620	385	75	16	72	16
I + FNT3	1044	460	610	386	74	16		
I + FNT3	1036	460	536	393	68	15		
I + FTSG4	1038	460	577	387	73	16	70	15
I + FTSG4	1040	460	599	391	69	15		
I + FTSG4	1031	460	501	393	68	15		
I + FTCG5	1026	460	521	390	71	15	70	15
I + FTCG5	1024	460	598	389	72	16		
I + FTCG5	1022	460	468	392	68	15		

II.3 Resultados individuais dos vasos do ensaio de fitotoxicidade

Tabela II.4: Resultados individuais da taxa de germinação dos vasos do teste de fitotoxicidade.

Vasos	NGS (nº plantas/sementes germinadas)	WHP (peso total das plantas do vaso)	GR (%) (taxa de germinação)
Turfa (Controlo) 1	11	72	55
Turfa (Controlo) 2	20	122	100
Turfa (Controlo) 3	10	72	50
Turfa (Controlo) 4	20	52	100
Turfa (Controlo) 5	20	46	100
Inóculo 1	5	12	25
Inóculo 2	15	21	75
Inóculo 3	17	15	85
Inóculo 4	4	6	20
Inóculo 5	14	14	70
ALG1 1	10	2	50
ALG1 2	13	4	65
ALG1 3	12	7	60
ALG1 4	16	7	80
ALG2 1	9	3	45
ALG2 2	20	9	100
ALG2 3	14	4	70
ALG2 4	10	7	50
LA1 1	15	40	75
LA1 2	3	7	15
LA1 3	9	18	45
LA1 4	9	23	45
LA2 1	11	14	55
LA2 2	7	15	35
LA2 3	6	9	30
LA2 4	10	14	50
PNC1 1	19	42	95
PNC1 2	7	15	35
PNC1 3	18	31	90
PNC1 4	12	20	60
PNA2 1	3	4	15
PNA2 2	7	10	35
PNA2 3	5	3	25
PNA2 4	12	18	60
FNT3 1	7	16	35
FNT3 2	9	16	45
FNT3 3	19	27	95
FNT3 4	8	13	40
FTSG4 1	20	30	100
FTSG4 2	14	21	70
FTSG4 3	17	19	85
FTSG4 4	16	27	80
FTCG5 1	9	9	45
FTCG5 2	17	21	85
FTCG5 3	9	31	45
FTCG5 4	18	27	90